

Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C.



POSGRADO

Síntesis y Caracterización de Nanofibras de Oxido de Cromo

Tesis que como Requisito para obtener el Grado de
Maestro en Ciencias de Nanotecnología Presenta:

Humberto Ramírez Hernández

Director: Dr. Francisco Espinosa Magaña

Mayo 2014.

ÍNDICE

RESUMEN.....	3
ABSTRACT.....	4
1. INTRODUCCIÓN.....	5
2. ANTECEDENTES.....	19
2.1 Nanofibras de Óxido de Cromo	19
2.2 Nanocompósitos.....	38
3. JUSTIFICACIÓN.....	42
4. HIPÓTESIS.....	43
5. OBJETVO GENERAL.....	44
6. OBJETIVOS PARTICULARES.....	45
7. MATERIALES Y MÉTODOS.....	46
7.1 Materiales Estudiados.....	46
7.2 Metodología de Síntesis.....	49
7.2.1 Preparación de las soluciones poliméricas precursoras.....	49
7.2.2 Parámetros de síntesis de Electrospinning.....	50
7.2.3 Electrospinning.....	51
7.3 Metodologías de Caracterización.....	53
7.3.1 Microscopía Electrónica de Transmisión	53
7.3.2 Microscopía Electrónica de Barrido	57
7.3.3 Difracción de Rayos “X”.....	59
7.3.4 Analisis termogravimetrico TGA.....	59
8. <i>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</i>	61
8.1 Microscopía Electrónica de Barrido	61
8.2 Análisis Termogravimétrico.....	70
8.3 Difracción de Rayos-X.....	72
8.4 Microscopía Electrónica de Transmisión.....	74
9. CONCLUSIONES.....	82
10. RECOMENDACIONES.....	83
11. AGRADECIMIENTOS.....	84
12. REFERENCIAS.....	85

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se realizó un estudio acerca de la Síntesis y Caracterización estructural de los nanomateriales constituidos por nanofibras de Óxido de Cromo. Para la síntesis se utilizó el método de electrospinnig (electrohiladao), utilizando precursores el Nitrato de Cromo III Nonahidratado (compuesto químico con nueve moléculas de agua) y el polímero PVP Polyvinylpyrrolidone (Polivinilpirrolidona), disueltos en una mezcla de etanol-agua. La caracterización estructural de los materiales fue llevada a cabo mediante: Microscopia electrónica de barrido (SEM), Análisis Termogravimétrico (TGA), Difracción de Rayos-X (DRX), y Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM).

ABSTRACT

In the present investigation a study on the synthesis and structural characterization of nanomaterials made of chrome oxide nanofibers was performed. For synthesis method electrospinning (electrohiladao) was used, using the precursors of chromium nitrate nonahydrate III (chemical compound with nine water molecules) and PVP Polyvinylpyrrolidone polymer (polyvinylpyrrolidone), dissolved in a mixture of ethanol-water. The structural characterization of the materials was carried out by: Scanning Electron Microscopy (SEM), thermogravimetric (TGA), X-ray diffraction (XRD) and Transmission Electron Microscopy (TEM) analysis.

1. INTRODUCCIÓN

La nanociencia y la nanotecnología se han constituido en auténticos pilares de la investigación científico-tecnológica del siglo XXI. Desde la década de los años noventa del siglo xx, los gobiernos de los países más avanzados han puesto en marcha costosos programas para mejorar infraestructuras y formar investigadores en estas temáticas. La inversión en nanotecnología ha crecido de manera exponencial desde hace algo más de una década y los resultados no se han hecho esperar en forma de miles de publicaciones, patentes y millares de productos que ya se pueden encontrar en comercios. Sin embargo, esta explosión de conocimiento no ha hecho nada más que empezar y nos encontramos en los albores de una verdadera revolución tecnológica, que permitirá avanzar en la dirección de construir una sociedad basada en el conocimiento. Esta “Nanorrevolución” afectará diversos sectores clave: nuevos materiales, salud, alimentación, energía y medioambiente, y tecnologías de la información y telecomunicaciones. Estos aspectos son tratados en el libro *Nanotechnology:Societal implications*, de Mihail C. Roco (Elsevier).

La nanotecnología representa una oportunidad que los países no deben desaprovechar para mantenerse o incorporarse al club de las sociedades avanzadas, pues de lo contrario sus sociedades se alejarán cada vez más de aquellas que basan su bienestar en el desarrollo tecnológico. Sin embargo, como ocurre con cualquier avance científico-técnico, por inocuo que parezca a primera vista, la inserción de la nano-ciencia y la nanotecnología en nuestro sistema de producción, en los materiales y dispositivos que nos rodean, también presenta problemas relacionados con sus posibles riesgos para la salud o el medioambiente y la gestión de dichos riesgos. Estos aspectos han dado lugar a nuevos campos de estudio como la nano-toxicología o la nano-ética, y están impulsando la creación de nuevos estándares, normas y reglamentos, en los que la nanometrología juega un papel fundamental. Es evidente que todo este fuerte impacto tecnológico, de profundas repercusiones sociales, la nanotecnología forma parte

de algunas asignaturas generales de física y química, en las cuales se describen los principios generales y fundamentos de esta área del conocimiento. No existe a la fecha en el país una carrera universitaria, un programa de posgrado de maestría o doctorado que aborde íntegramente o tenga alguna relación con la nanotecnología.

Divulgación y formación en nanotecnología en México

La manipulación de la materia a escala nanométrica ya comienza a dar frutos en aplicaciones que tienen el potencial de impactar prácticamente todos los aspectos de nuestras vidas. Es por eso que en muchos países se tienen políticas y estrategias que buscan fomentarlas. En particular, se han lanzado iniciativas nacionales de nanotecnología para coordinar y fomentar a nivel gubernamental la investigación y el desarrollo de la nanotecnología. En México no existe una iniciativa de esta clase. Es posible constatar la existencia de inversión en la infraestructura de investigación de alta calidad pero contrasta con la ausencia de una política clara por parte del gobierno y de un programa coherente que articule la actividad en esta rama desde la realización de investigación básica hasta la obtención de patentes y la articulación con la industria, Sin embargo, esto no significa que no se haga investigación en el campo. En un gran número de universidades y centros de investigación se trabaja en temas relacionados con la nanotecnología, con diversas calidades y grupos de investigación que trabajan investigaciones de primera línea. Muchos de los grupos de investigación poseen equipamiento de primer nivel y recursos adecuados para el desarrollo de infraestructura para la investigación. Existe un número creciente de estudiantes, pero los técnicos capacitados para el manejo de equipos de alta tecnología son escasos. Mucha de la investigación realizada en estos centros es en ciencias básicas, y la mayoría de los sistemas de educación superior aún mantienen características de disciplina única. Existen niveles muy reducidos de registro de inventos producto de la nanotecnología así como de solicitud de patentes asociadas. Hacia finales del año 2006, el CONACYT lanzó una convocatoria para la creación de laboratorios nacionales, apoyando dos propuestas en el área de la

nanotecnología. *En la primera se respaldó al Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMA), localizado en la ciudad de Chihuahua, para la creación del Laboratorio Nacional de Nanotecnología (NaNoTeCH).* El segundo proyecto aprobado benefició al Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica en San Luis Potosí para la creación del Laboratorio Nacional de Investigaciones en Nanociencias y Nanotecnología (LINAN). También, a finales del 2006, el CONACYT apoyo áreas estratégicas para el país. En el área de nanociencia y nanotecnología, se apoyó a 5 instituciones. Estos 5 proyectos se fusionaron para formar en el 2010 la Red Nacional de Nanociencia y Nanotecnología. Uno de los objetivos principales de la red es identificar e integrar a todos los grupos de investigación en las áreas de nanociencias, nanotecnología y nanomateriales. Una gran parte de la investigación científica que se realiza en México se hace en la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), por tal motivo sorprende que también sea la institución mexicana que realiza el mayor número de investigaciones y publique más artículos en NyN en el país. La UNAM cuenta con un gran número de centros, institutos y facultades donde se realiza investigación en NyN, y, en marzo de 2008, se inauguró el Centro de Nanociencias y Nanotecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México en Ensenada, Baja California (imagen 1). Otras universidades e instituciones de investigación han creado centros especializados en Nanotecnología, algunos de ellos son: Centro de Nanociencia y Micro Nanotecnología del Instituto Politécnico Nacional, el Laboratorio de Nanotecnología e Ingeniería Molecular de la Universidad Autónoma Metropolitana, el Laboratorio de Nanotecnología, Instituto Nacional de Neurología y Neurocirugía “MVS”, México, de la Universidad Autónoma Metropolitana, Laboratorio Nacional de Nanoelectrónica del INAOE .Es difícil cuantificar el dinero que se invierte en investigación en nanotecnología en México. Según el informe elaborado por la Secretaría de Economía-CIMA [2], entre los años 1998 y 2004 el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) apoyó 152 proyectos de investigación relacionados con la nanociencia y la nanotecnología, que involucran a 58 instituciones a Nivel Nacional.

Situación de la divulgación en nanotecnología en México

En el 2008, se formó el consorcio académico denominado nano UNAM, el cual es una iniciativa del Centro de Investigaciones Interdisciplinarias en Ciencias y Humanidades, del Centro de Nanociencias y Nanotecnología, del Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico y del Programa Universitario de Nanotecnología Ambiental; todos de la Universidad Nacional Autónoma de México. En 2009, se integraron: el Instituto de Física, el Instituto de Investigaciones en Materiales, el Instituto de Biomédicas, el Instituto de Ciencias Físicas, el Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada, el Instituto de Investigaciones Sociales, el Instituto de Investigaciones Filosóficas y la Facultad de Derecho. NanoUNAM es responsable de la edición de Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencias y Nanotecnología, la cual es una publicación universitaria de divulgación con el propósito de dar a conocer trabajos de colegas de las ciencias exactas, naturales, sociales y de las humanidades, y se publica semestralmente. NanoUNAM es también responsable de la organización de los Encuentros Internacionales e Interdisciplinarios en Nanociencias y Nanotecnología NanoMex, celebrados el 2008 en el Distrito Federal, el 2009 en Ensenada, y el 2010 en Cuernavaca. Otros congresos especializados en NyN son *los Nanotech*, *coorganizados por el Centro en Investigaciones Ópticas*, y *los NanoMonterrey organizados por el CIMAV*. *Libros relacionados con NyN y publicados en México son: Diagnóstico y prospectiva de la nanotecnología en México, por el CIMAV; Guerra por lo invisible, de Gian Carlo Delgado Ramos; Nanociencia y nanotecnología de Noboru Takeuchi; Abecedario de la nanoenciclopedia, de Boris Idulsovich Kharisov y Oxana V. Kharissova, y Nanociencia y nanotecnología: panorama actual en México, coordinado por Noboru Takeuchi.*

La componente principal de la formación en nanociencia y nanotecnología en el nivel universitario ha sido hasta hace muy poco la actividad de estudios de posgrado desarrollada por aspirantes a grados de maestría y doctorado insertados

en los programas de los centros de investigación mencionados al inicio de este documento. Sin embargo, en estos momentos ya se cuenta con varios programas universitarios de nivel pregrado completamente dedicados a la NyN

La nanotecnología transformará la ciencia, la tecnología y la sociedad en forma esencial.

Nanotecnología

La **nanotecnología** es un campo de las ciencias aplicadas dedicado al control y manipulación de la materia a una escala menor que un micrómetro, es decir, a nivel de átomos y moléculas (nanomateriales). Lo más habitual es que tal manipulación se produzca en un rango de entre uno y cien nanómetros. Se tiene una idea de lo pequeño que puede ser un nanobot sabiendo que un nanobot de unos 50 nm tiene el tamaño de 5 capas de moléculas o átomos -depende de qué esté hecho el nanobot. Nano es un prefijo griego que indica una medida ($10^{-9} = 0,000\ 000\ 001$), no un objeto; de manera que la nanotecnología se caracteriza por ser un campo esencialmente multidisciplinar, y cohesionado exclusivamente por la escala de la materia con la que trabaja.

Definición

La nanotecnología comprende el estudio, diseño, creación, síntesis, manipulación y aplicación de materiales, aparatos y sistemas funcionales a través del control de la materia a nanoescala, y la explotación de fenómenos y propiedades de la materia a nanoescala. Cuando se manipula la materia a escala tan minúscula, presenta fenómenos y propiedades totalmente nuevas. Por lo tanto, los científicos utilizan la nanotecnología para crear materiales, aparatos y sistemas novedosos y poco costosos con propiedades únicas.

Historia

El ganador del premio Nobel de Física de 1965, Richard Feynman, fue el primero en hacer referencia a las posibilidades de la nanociencia y la nanotecnología en el célebre discurso que dio en el Caltech (Instituto Tecnológico de California) el 29 de diciembre de 1959, titulado *En el fondo hay espacio de sobra (There's Plenty of Room at the Bottom)*. Otras personas de esta área fueron Rosalind Franklin, James Dewey Watson y Francis Crick quienes propusieron que el ADN era la molécula principal que jugaba un papel clave en la regulación de todos los procesos del organismo, revelando la importancia de las moléculas como determinantes en los procesos de la vida. Pero estos conocimientos fueron más allá, ya que con esto se pudo modificar la estructura de las moléculas, como es el caso de los polímeros o plásticos que hoy en día encontramos en nuestros hogares. Pero hay que decir que a este tipo de moléculas se les puede considerar “grandes”. Hoy en día la medicina tiene más interés en la investigación en el mundo microscópico, ya que en él se encuentran posiblemente las alteraciones estructurales que provocan las enfermedades, y no hay que decir de las ramas de la medicina que han salido más beneficiadas como es la microbiología, inmunología, fisiología; han surgido también nuevas ciencias como la Ingeniería Genética, que ha generado polémicas sobre las repercusiones de procesos como la clonación o la eugenesia.

Nanotecnología Avanzada.

La nanotecnología avanzada, a veces también llamada fabricación molecular, es un término dado al concepto de ingeniería de nanosistemas (máquinas a escala nanométrica) operando a escala molecular. Se basa en que los productos manufacturados se realizan a partir de átomos. Las propiedades de estos productos dependen de cómo estén esos átomos dispuestos. Así por ejemplo, si reubicamos los átomos del grafito (compuesto por carbono, principalmente) de la mina del lápiz podemos hacer diamantes (carbono puro cristalizado). Si reubicamos los átomos de la arena (compuesta básicamente por sílice) y agregamos algunos elementos extras se hacen los chips de un ordenador.

A partir de los incontables ejemplos encontrados en la biología se sabe que miles de millones de años de retroalimentación evolucionada pueden producir máquinas biológicas sofisticadas y estocásticamente optimizadas. Se tiene la esperanza que los desarrollos en nanotecnología harán posible su construcción a través de algunos significados más cortos, quizás usando principios bio-miméticos. Sin embargo, K. Eric Drexler y otros investigadores han propuesto que la nanotecnología avanzada, aunque quizá inicialmente implementada a través de principios miméticos, finalmente podría estar basada en los principios de la ingeniería mecánica. Determinar un conjunto de caminos a seguir para el desarrollo de la nanotecnología molecular es un objetivo para el proyecto sobre el mapa de la tecnología liderado por Instituto Memorial Battelle (el jefe de varios laboratorios nacionales de EEUU) y del Foresigth Institute. Ese mapa debería estar completado a finales de 2006.

Nanomateriales

Los **nanomateriales** son materiales con propiedades morfológicas más pequeñas que un micrómetro en al menos una dimensión. A pesar del hecho de que no hay consenso sobre el tamaño mínimo o máximo de un nanomaterial, algunos autores restringen su tamaño de 1 a 100 nm, una definición lógica situaría la nanoescala entre la microescala (1 micrómetro) y la escala atómica/molecular (alrededor de 0.2 nanómetros).

Grafeno

El **grafeno** es una sustancia formada por carbono puro, con átomos dispuestos en un patrón regular hexagonal similar al grafito, pero en una hoja de un átomo de espesor. Es muy ligero, una lámina de 1 metro cuadrado pesa tan sólo 0,77 miligramos. Es un alótropo del carbono, un teselado hexagonal plano (como panal de abeja) formado por átomos de carbono y enlaces covalentes que se generan a partir de la superposición de los híbridos sp^2 de los carbonos enlazados.

El Premio Nobel de Física de 2010 se le otorgó a Andréy Gueim y a Konstantín Novosiólov por sus revolucionarios descubrimientos acerca de este material. Mediante la hibridación sp^2 se explican mejor los ángulos de enlace, a 120° , de la estructura hexagonal del grafeno. Como cada uno de los carbonos contiene cuatro electrones de valencia en el estado hibridado, tres de esos electrones se alojan en los híbridos sp^2 , y forman el esqueleto de enlaces covalentes simples de la estructura. El electrón sobrante se aloja en un orbital atómico de tipo «p» perpendicular al plano de los híbridos. El solapamiento lateral de dichos orbitales da lugar a formación de orbitales de tipo π . Algunas de estas combinaciones propician un gigantesco orbital molecular deslocalizado entre todos los átomos de carbono que constituyen la capa de grafeno. El nombre proviene de intercambio – en el vocablo grafito– de sufijos: «ito» por «eno»: propio de los carbonos con enlaces dobles. En realidad, la estructura del grafito puede considerarse una pila de gran cantidad de láminas de grafeno superpuestas.³ Los enlaces entre las distintas capas de grafeno apiladas se deben a fuerzas de Van der Waals e interacciones de los orbitales π de los átomos de carbono.

En el grafeno, la longitud de los enlaces carbono-carbono es de aproximadamente 142 pm (picómetros). Es el componente estructural básico de todos los demás elementos gráfiticos, incluidos el propio grafito, los nanotubos de carbono y los fullerenos.

A esta estructura también se le puede considerar una molécula aromática extremadamente extensa en las dos direcciones espaciales. Es decir, sería el caso límite de una familia de moléculas planas de hidrocarburos aromáticos policíclicos denominada grafenos.

Fullereno

En experimentos de espectroscopia molecular, se observaron picos que correspondían a moléculas con una masa molecular exacta de 60, 70 ó más átomos de carbono. Harold Kroto, de la Universidad de Sussex, James Heath, Sean O'Brien, Robert Curl y Richard Smalley, de la Universidad de Rice, descubrieron el C_{60} y otros fullerenos en 1985, en un experimento que consistió en hacer incidir un rayo láser sobre un trozo de grafito. Ellos esperaban efectivamente descubrir nuevos alótropos del carbono, pero suponían que serían moléculas largas, en lugar de las formas esféricas y cilíndricas que encontraron. A Kroto, Curl y a Smalley se les concedió el premio Nobel de Química en 1996, por su colaboración en el descubrimiento de esta clase de compuestos. El C_{60} y otros fullerenos fueron más adelante observados fuera del laboratorio (ej. en el hollín de una vela). Hacia el año 1991, era relativamente fácil producir unos cuantos gramos de polvo de fullereno usando las técnicas de Donald Huffman y Wolfgang Krätschmer. La purificación del fullereno era un desafío para los químicos hasta hace poco cuando un equipo de investigadores españoles desarrolló un nuevo proceso de obtención.² Los fullerenos *endoédricos* han incorporado, entre los átomos de la red, iones u otras moléculas más pequeñas. El fullereno es un reactivo habitual en muchas reacciones orgánicas como por ejemplo en la reacción de Bingel, descubierta en 1993.

El **fullereno** (también se escribe *fulereno*) es la tercera forma molecular más estable del carbono, tras el grafito y el diamante. La primera vez que se encontró un fullereno fue en 1985: Su naturaleza y formase han hecho ampliamente conocidas en la ciencia y en la cultura en general, por sus características físicas, químicas, matemáticas y estéticas. Se destaca tanto por su versatilidad para la síntesis de nuevos compuestos como por la armonía de la configuración paradigmática de las moléculas con hexágonos y pentágonos: el icosaedro truncado y los cuerpos geométricos semejantes, con mayor número de caras. Se presentan en forma de esferas, elipsoides o cilindros. Los fullerenos esféricos

reciben a menudo el nombre de *buckyesferas* y los cilíndricos el de *buckytubos* o nanotubos. Reciben su nombre de Buckminster Fuller, que empleó la configuración de hexágonos y pentágonos en domos geodésicos.

El fullereno más conocido es el formado por 60 átomos de carbono (C_{60}), en el que ninguno de los pentágonos que lo componen comparten un borde; si los pentágonos tienen una arista en común, la estructura estará desestabilizada (véase pentaleno). La estructura de C_{60} es la de un icosaedro truncado, que se asemeja al balón de fútbol cuyo diseño se inició con el Telstar 1970. Está configurado por 20 hexágonos y 12 pentágonos, con un átomo de carbono en cada una de las esquinas de los hexágonos y un enlace a lo largo de cada arista. Aunque su nombre viene de Richard Buckminster Fuller por sus domos geodésicos -el primero de 1948-, fue el ingeniero Alemán Walther Bauersfeld el que en 1912 inició la construcción de una obra con esa forma para la empresa de instrumentos ópticos de Carl Zeiss, en Jena. El dibujo más antiguo conocido del icosaedro truncado es el de Piero Della Francesca y el más conocido el que Leonardo da Vinci hizo para el libro La Divina Proporción por encargo de Luca Pacioli.

Nanocompuestos

Un **nanomaterial compuesto** o **nanocompuesto** (en inglés, *nanocomposite*) es un material compuesto o multifásico donde una de las fases tiene una, dos o tres dimensiones de menos de 100 nanómetros (nm).¹ En el más amplio sentido de esta definición, se pueden incluir medios porosos, coloides, geles y copolímeros; pero es más común la combinación de un sólido a granel que actúa como matriz y una fase (o más) nano-dimensional (un nanocompuesto) dispersada en la matriz. Las propiedades mecánicas, eléctricas, térmicas, ópticas, electroquímicas, catalíticas del nanomaterial compuesto se diferencian notablemente de la de los materiales componentes por separado.

Los nanomateriales compuestos difieren de los materiales compuestos convencionales debido a la excepcionalmente alta relación entre la superficie y el volumen de la fase dispersada en la matriz. El área de la interface entre la fase de la matriz y el refuerzo es típicamente un orden de magnitud mayor que para los materiales compuestos convencionales. Esto hace que una cantidad relativamente pequeña de refuerzo a escala nanométrica pueda tener un efecto observable a escala macroscópica en las propiedades del compuesto.

Se suelen clasificar los nanomateriales compuestos en función del tipo de matriz que se emplea: nanocomposites de matriz cerámica, nanocomposites de matriz metálica y nanocomposites de matriz polimérica.

Nanoestructuras

Nanotubos

En química, se denominan **nanotubos** a estructuras tubulares cuyo diámetro es del tamaño del nanómetro. Existen nanotubos de muchos materiales, tales como silicio o nitruro de boro pero, generalmente, el término se aplica a los nanotubos de carbono.

Los **nanotubos de carbono** son una forma alotrópica del carbono, como el diamante, el grafito o los fullerenos. Su estructura puede considerarse procedente de una lámina de grafitos enrollados sobre sí misma.¹ Dependiendo del grado de enrollamiento, y la manera como se conforma la lámina original, el resultado puede llevar a nanotubos de distinto diámetro y geometría interna. Estos están conformados como si los extremos de un folio se uniesen por sus extremos formando el susodicho tubo, se denominan *nanotubos monocapa* o de pared simple. Existen, también, nanotubos cuya estructura se asemeja a la de una serie de tubos concéntricos, incluidos unos dentro de otros, a modo de muñecas matrioskas y, lógicamente, de diámetros crecientes desde el centro a la periferia.

Estos son los *nanotubos multicapa*. Se conocen derivados en los que el tubo está cerrado por media esfera de fullereno, y otros que no están cerrados.

Están siendo estudiados activamente, como los fullerenos, por su interés fundamental para la química y por sus aplicaciones tecnológicas. Es, por ejemplo, el primer material conocido por la humanidad capaz, en teoría, de sustentar indefinidamente su propio peso suspendido sobre nuestro planeta. Teóricamente permitiría construir un ascensor espacial, debido a que para ello se necesita un material con una fuerza tensil de 100 GPa y se calcula que los nanotubos de carbono tienen una fuerza tensil de 200 GPa.

Los nanotubos suelen presentar una elevada relación longitud/radio, ya que el radio suele ser inferior a un par de nanómetros y, sin embargo, la longitud puede llegar a ser incluso de 10^5 nm. Debido a esta característica se pueden considerar como unidimensionales.

Nanowire

Un nanohilo (nanowire en inglés) es un alambre con un diámetro del orden de un [nanómetro](#) (10^{-9} metros). Alternativamente, los nanohilos pueden ser definidos como estructuras que tienen un tamaño lateral restringido a diez o menos nanómetros y de una longitud libre. A estas escalas, los efectos de la [mecánica cuántica](#) son importantes - por lo tanto estos alambres, también son conocidos como "[hilos cuánticos](#)" (quantum wires). En general, esto tiene como consecuencia dinámicas electrónicas o de espín complicadas, que aún son objeto de investigación teórica.

Existen muchos tipos diferentes de nanohilos, incluyendo hilos metálicos (ej., [Ni](#), [Ag](#), [Au](#)), semiconductores (ej., [Si](#), [InP](#), [GaN](#), etc.), y aisladores (ej., [SiO₂](#), [TiO₂](#)). Los nanohilos moleculares están compuestos de unidades de moleculares repetitivas ya sean orgánicas (ej. [ADN](#)) o inorgánicas (ej. $\text{Mo}_6\text{S}_9\text{-xI}_x$).

Nanofibras

Una **nanofibra** es una fibra polimérica con diámetro inferior a 500 nanómetros. Se obtienen a partir de técnicas especiales que permiten obtener esas fibras ultrafinas, de propiedades muy particulares y de muy diversos usos.

Obtención de Nanofibras

Un proceso convencional para obtener fibras comunes consiste en el hilado en el que un polímero fundido o en solución se hace pasar por una boquilla a cierta velocidad y temperatura. Además se estira el material buscando darle más módulo y resistencia. Pero para obtener una nanofibra, se utiliza lo que se llama electrohilado (electrospinning), que permite producir filamentos continuos cien veces inferiores a los métodos convencionales. Dichos filamentos se depositan en una membrana o malla no tejida llamada material nanofibroso.

Propiedades de Nanofibras

En el material nanofibroso la relación superficie-volumen es muy elevada. Las estructuras obtenidas generan sistemas dinámicos que pueden variar tanto el tamaño de los poros como la forma. Las propiedades de flexibilidad, tenacidad y resistencia a la tracción son imposibles de conseguir con otros materiales de estructuras convencionales.

Aplicación de Nanofibras

La baja densidad y elevado volumen de los poros hacen a estos materiales apropiados para dispositivos biomédicos como el sistema de liberación controlada de fármacos o la obtención de cosméticos.

También para principios activos e ingeniería de tejidos; prendas de vestir, implementos de limpieza y hasta productos industriales de catálisis, filtrado,

barrera y aislamiento, pilas, transistores, óptica, tecnología de la información y del sector espacial.

2. ANTECEDENTES

En años recientes ha surgido el interés por la investigación de materiales compuestos basados en núcleos inorgánicos nanoestructurados recubiertos con corazas de polímeros conductores. Los trabajos más sobresalientes son enunciados a continuación. Liu y colaboradores (2007), quienes investigaron los materiales compuestos de nanotubos de atapulguita: silicato de amonio y magnesio hidratado (ATP) y polianilina;(poliaminobenceno PANI). La síntesis de estos materiales fue llevada a cabo mediante el proceso de polimerización oxidativa sin surfactantes. Sustentan que los cationes de anilina son adsorbidos por las superficies de los ATP debido a las cargas negativas altamente estables del SiO₂ en un amplio intervalo de pH. Mencionan que una vez adsorbidos los cationes de anilina en la superficie de los ATP, estos se vuelven más hidrofóbicos y entonces tienen mayor afinidad por los monómeros de anilina, facilitando la encapsulación. Finalmente, cuando se agrega el persulfato de amonio (APS) la polimerización ocurre y los ATP quedan encapsulados formando los compósitos *core-shell*. Observaron que la conductividad eléctrica de los materiales aumenta conforme la adición de una mayor cantidad de dopante.

2.1 Nano fibras Óxido de Cromo Cr₂O₃

La primera síntesis de nanofibras híbridas de Oxido de Cromo/Oxido de Aluminio en la historia partió de Nanofibras de alcohol polivinílico (PVA) y Mn 80.000) fue suministrado por Shanxi Chemical Co., Ltd. de cromo de grado analítico nitrato de (Cr (NO₃)₃ · 9H₂O) y nitrato de aluminio (Al (NO₃)₃ · 9H₂O) se obtuvieron de Aldrich. agua destilada se usó como un disolvente híbridos fueron preparados por técnica de electrospinning y en la gelificación in situ. Fibras ultrafinas de óxido de cromo/oxido de aluminio con diámetros de 150 a 200 nm se obtuvieron por calcinación a alta temperatura de las fibras híbridas. La caracterización estructural en cuanto a características morfológicas de fase, y cristalinas de Nanofibras Cr₂O₃/Al₂O₃. Se llevó a cabo por SEM, DRX y DTA-TGA. Y el comportamiento etanol-detección de las nanofibras también se investigó.

(1D) nanoestructuras unidimensionales , incluyendo nanofibras ,nanotubos, nanorods , nanocintas , etc , se destacan por su propiedades únicas y valor potencial de aplicación. Mucho se han desarrollado métodos para preparar materiales 1D . electrohilado es una nueva técnica que se puede utilizar como un simple y versátil método para la preparación de la estructura ultrafina tales como fibras de polímero ,nanofibras de cerámica , o de material compuesto orgánico / inorgánico . Materiales preparado por electrospinning atraer la atención tanto por las aplicaciones en muchos campos tales como catalizadores , sensores biomédicos aplicaciones , la filtración , y templating.¹ En los últimos años , muchos investigaciones se centraron en la preparación de bastante largo inorgánica nanofibers ² y nanofibers ³ híbrido orgánico. inorgánico con diámetro de decenas a cientos de nanómetros gama vía electrospinning La ruta clásica para preparar contenidos nanofibras inorgánicostres pasos principales: a) la preparación de un polímero de solución que contiene y sol de hidróxido de metal, b) colección de compuesto orgánico / inorgánico nanofibras , c) calcinación de las nanofibras de compuestos.

Preparación de gel de hidróxido de metal híbrido / polímero es una tecla etapa de preparación de nanofibras inorgánicos. La formación de este híbrido mantendrá la forma de las nanofibras cuando calcinado.

Por el método tradicional, la preparación de esta necesidad de híbridos precursores que contienen sal de hidróxido de metal que generalmente necesita compuestos organometálicos y más de 12 h de preparación. En este trabajo, hemos desarrollado un método de gelificación in situ que se limita a las necesidades de solución de ión / PVA como precursor. Las nuevas necesidades de método cuatro etapas: a) preparación de una solución que contiene polímero y ión metálico, b) colección de nanofibras compuestas, c) tratar el nanofibras con gas alcalino para formar híbridos de gel / polímero fibras, d) calcinación de las

nanofibras de híbridos. De hecho, esta técnica es una manera sencilla y eficaz para preparar inorgánico nanofibras.

Óxidos de cromo ya se han utilizado como comercial catalizador en la polimerización de etileno y en la deshidrogenación de parafina.⁵ luz Como semiconductor de óxido de metal, cromo óxido es un buen sensor para detectar hidrógeno en el aire y el oxígeno en nanofibras de óxido de cromo hydrogen.⁶ pueden mostrar más y mejores propiedades debido a la gran superficie específica y alta relación de longitud / diámetro. En este trabajo se describe la preparación de nanofibras Cr₂O₃ vía electrospinning y su caracterización.

La sensibilidad de etanol de las nanofibras se investiga, y una comparación entre nanoestructura y el polvo ordinario se la dará. La solución de PVA (9 % en peso) se preparó añadiendo primero PVA en polvo en agua destilada y calentando a 80 ° C con agitación durante 2 h, a continuación, enfriar a temperatura ambiente. La solución de hilado puede ser obtenida disolviendo 1 g de CrCl₃·6H₂O en 5 ml de Solución de PVA. La solución se colocó en una hipodérmica de plástico cuya cabeza de alfiler jeringa conectada a un generador de alta tensión. La lámina de cobre, cubierto con un papel de filtro, se desempeñó como contador electrodo. Oblea de silicio se colocó en el papel como el receptor de nanofibras. La distancia entre la cabeza del alfiler y el receptor es de unos 10 cm. Una tensión de 20 kV se aplicó a la solución, y una película de fibra de color verde claro se recogió en la oblea de silicio. Tratamos a la oblea con fibras compuestas con NH₃ para medio una hora; el color de la película se convirtió en verde salvia, y el fibras ya no era pegajosa. La oblea con nanofibras eran preoxidadas 2 horas a 200 °C en aire para evitar la fusión de PVA. Después esto se calcinó a 700 °C en aire durante 6 h.

La figura 1 muestra el comportamiento térmico de PVA / Cr (OH)₃ híbrido fibras. Como se observa en el análisis térmico diferencial (DTA) curva, un fuerte pico endotérmico se puede encontrar en ca. 250° C, que corresponde a la pérdida de grupo hidroxilo. La reacción exotérmica del pico alrededor de 300 y 440 ° C en la

curva DTA puede indicar la descomposición en el lado y principales cadenas de PVA. Porque de la formación de cristales Cr_2O_3 , que se llamaba " resplandor fenómeno, " 7 hubo un fuerte aumento marcado de la curva DTA al 403°C y un paso de perder peso casi vertical en curva de TGA en 390°C . Para la curva de TGA, la mayor parte de la orgánica pertenecían de PVA, y el agua combinada de $\text{Cr}(\text{OH})_3$ se eliminó a una temperatura inferior a 500°C . No hubo más pérdida de peso por encima de 500°C , indicando la formación de óxido de cromo puro.

Los patrones de difracción de rayos X de las nanofibras de Cr_2O_3 en la Figura 2 muestran que las fases cristalinas presentes en la fibra después de la calcinación tratamiento. Todos los picos pueden ser bien indexados a la fase cristalográfica de Cr_2O_3 hexagonal (JCPDS84 -1616). Sin picos desde se encontraron cualquier otra fase o impurezas, que indican la alta pureza de las nanofibras de Cr_2O_3 .

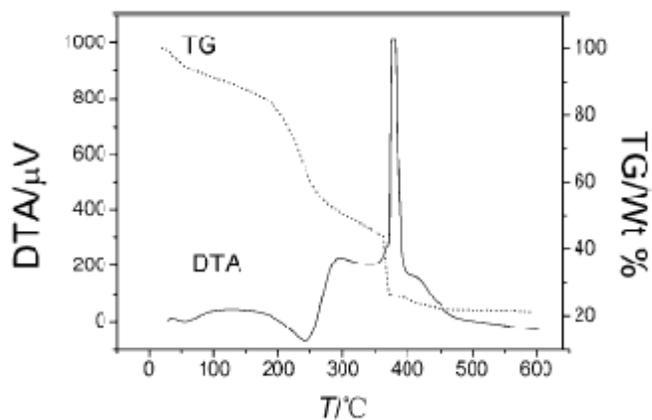


Figura 1. Curvas de TGA-DTA de PVA / $\text{Cr}(\text{OH})_3$ híbrido fibras.

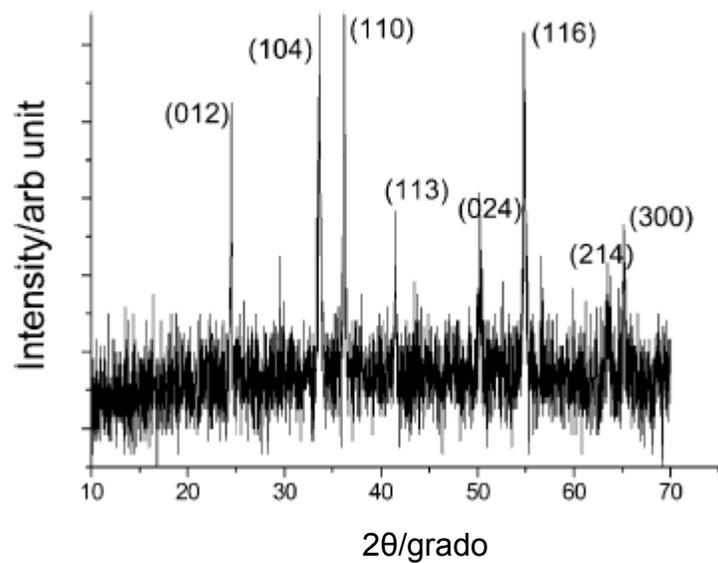


Figura 2. Patrón de difracción de rayos X de nanofibras de Cr_2O_3 .

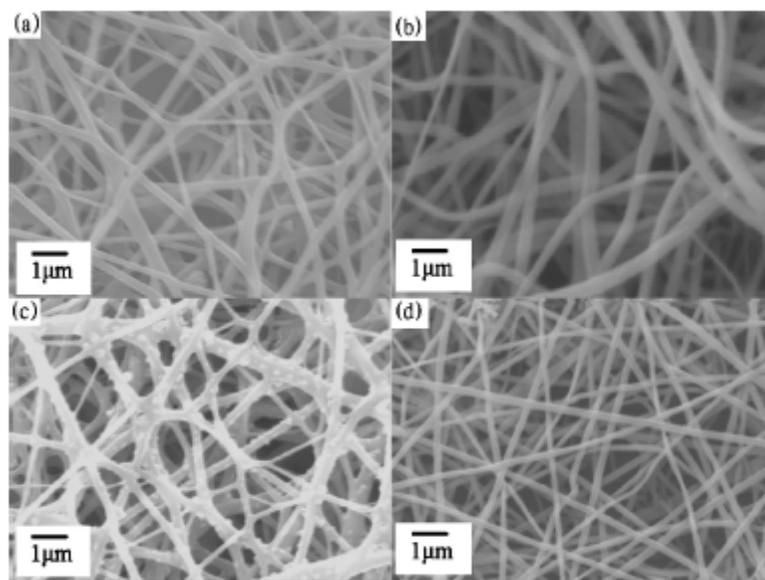


Figura 3 Imágenes SEM de: (A) nanofibras CrCl_3/PVA compuestos, (b) $\text{Cr}(\text{OH})_3/\text{PVA}$ híbridos, (c) $\text{Cr}(\text{OH})_3/\text{PVA}$ híbridos colocados en aire durante dos semanas, (d) las fibras calcinados a 700°C durante 6 h.

La Figura 3 muestra morfologías de las diversas muestras de fibra puesto de manifiesto por microscopía electrónica de barrido (SEM). Podría ser visto que la superficie de ambas fibras - como preparados y compuestos Fibras tratadas - NH_3 eran lisas (Figuras 3a y 3b), y después de colocado en aire durante dos semanas , la superficie de las fibras tratadas con NH_3 ya no es lisa . Esto puede indicar que el pequeño $\text{Cr}(\text{OH})_3$ de partículas en el gel crece durante las dos semanas (Figura 3c), después calcinación de fibras tratadas - NH_3 (Figura 3b) en $700\text{ }^\circ\text{C}$ (Figura 3d) , los diámetros de las fibras se hicieron más pequeños , las fibras calcinadas tienen una superficie uniforme y lisa de diámetro 150-200 nm .

Como un material semiconductor, Cr_2O_3 tiene sensibilidad a algunos de gas. En este trabajo, se determinó la propiedad de las nanofibras Cr_2O_3 y polvo ordinario como sensor de etanol por HWC30A sistema (Henan Hanwei Electronics Co, Ltd.). Los sensores fueron fabricados utilizando una película fina de los materiales simples. Por supervisión la resistencia de la película, la respuesta del sensor en el aire se puede medir. Figura 4 parcelas el cambio en la resistencia del sensor como una función de tiempo cuando el sensor funcionaba a $400\text{ }^\circ\text{C}$. Siete ciclos se registraron sucesivamente , correspondiente a siete concentraciones de etanol diferentes que van de 10 a 1000 ppm. La resistencia de las nanofibras se sometió a un aumento drástico en la inyección de etanol y cae a su valor inicial inmediatamente después de etanol fue liberado. Tanto los sensores mostraron buena respuesta, pero la pólvora ordinaria mostraron una mucho más suave. Reacción mechanism8 de semiconductor de tipo p a gas detectado puede explicar la propiedad de detección de Cr_2O_3 .

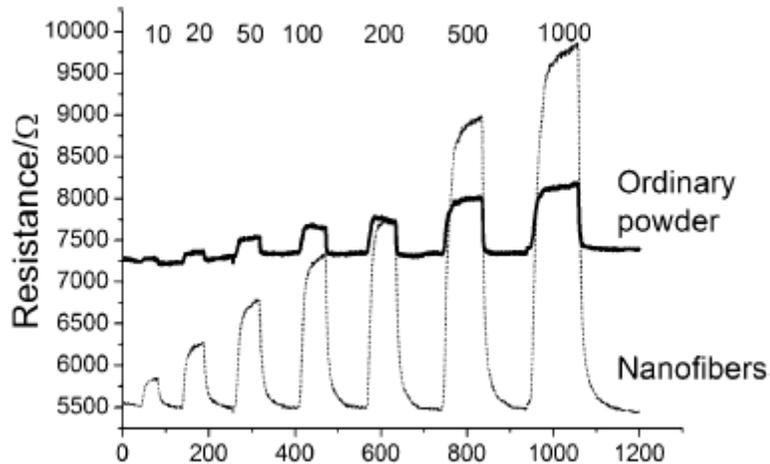


Figura 4. Curvas de respuesta típicos de nanofibras y ordinaria polvo en bicicleta entre el aumento de la concentración (10-1000 ppm) de etanol y el aire ambiente.

Al entrar en contacto con el gas a ser detectado, la densidad de carga negativa oxígeno absorbido en la superficie sería cambiar, y la resistencia del semiconductor fue cambiado demasiado. En esta prueba, el sensor de nanofibras que posee más ventajas. Superficie absorbida óxido que se cobra es muy importante para gran superficie específica de las nanofibras se cree necesaria a la sensibilidad alta. Aquí la resistencia de las nanofibras es bajo ya que la estructura 1D puede aumentar la conductividad de los materiales, y la estructura puede ser también útil a su sensibilidad.

Fue desarrollado en el método de gelificación in situ para simplificar la ruta para la fabricación de nanofibras de óxido a través de electrospinning técnica. Esta ruta podría ser más eficiente y de bajo costo que la vía clásica. Por esta vía, las nanofibras de Cr_2O_3 , con diámetros en el intervalo de 150-200 nm, se prepararon después de calcinación de $\text{Cr}(\text{OH})_3$ gel / PVA híbrido. La detección de gas medición muestra que nanofibras Cr_2O_3 tienen beneficios para la sensibilidad de vapor de etanol. Asimismo, indica que podemos desarrollar muchos dispositivos útiles por la técnica de electrospinning.

Fabricación de nanofibras $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ compuestos por electrospinning

Resumen de PVA (alcohol polivinílico) / nitrato de cromo / aluminio nanofibras de compuestos de nitrato fueron preparados por utilizando un proceso de sol-gel y la técnica de electrospinning mediante alta temperatura de calcinación de las fibras precursoras anteriores, $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ nanofibras compuestos se obtuvieron con éxito.

Las fibras se caracterizaron por DRX, IR, y SEM, respectivamente. Los resultados mostraron que la fase cristalina y la morfología de las fibras dependían de las temperaturas de calcinación.

Los materiales con partículas de tamaño nanométrico poseen única característica química y física [1, 2]. En particular, materiales nanocompuestos, compuestos de metales nanométricos y partículas de óxido de metal presentan una variedad de interesantes propiedades eléctricas, magnéticas y catalíticas [3-5]. Se han hecho muchos esfuerzos para fabricar tales materiales, incluyendo de Langmuir-Blodgett película [6], métodos de deposición [7], la síntesis en micelas invertidas [8], auto-ensamblada monocapas [9], la técnica de molienda de bolas [10]. Entre ellos, el método sol-gel también se ha propuesto para la preparación de materiales nanocompuestos [11, 12]. El proceso es afectado por varios parámetros que permiten un versátil control sobre las propiedades estructurales, de textura, y químicos de estos materiales. Recientemente, hemos encontrado un nuevo método para fabricar nanofibras de compuesto inorgánico nanomateriales mediante la combinación de un proceso de sol-gel con técnica de electrospinning [13, 14]. Los pequeños diámetros de las fibras y la estructura porosa de fibras electrohiladas [15] resultar en una alta área de superficie específica que es beneficioso en un variedad de aplicaciones. Usos propuestos de estos electrospun fibras de nanocompuestos incluyen dispositivos electro-óptico, altos sensores sensibles, alta catalizador activo [16-18], etc. Por otra parte, como un catalizador de múltiples componentes importantes, Compositos $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ se han

investigado extensamente debido a su actividad en reacciones de deshidrogenación [19,20], se presenta un nuevo método para la preparación de cromo nanofibras compuestas de óxido Cromo/ óxido de aluminio, y querer conseguir un tipo de material que combine las ventajas de nanofibras de óxido de metal nanocompuesto y electrospun juntos. Y también la esperanza de obtener una especie de Cr_2O_3 /Materiales compuestos de Al_2O_3 con mejor actividad catalítica y la selectividad en virtud de las propiedades de alta superficie área y los pequeños tamaños de poro de nanofibras electrohiladas

Materiales de Síntesis

PVA (alcohol de polivinilo, Mn 80.000) fue suministrado por Shanxi Chemical Co., Ltd. de cromo de grado analítico nitrato de $(\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})$ y nitrato de aluminio $(\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})$ se obtuvieron de Aldrich. Se usó agua destilada como un disolvente.

Preparación de PVA / $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ / $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ geles

En primer lugar, 4,0 ml de solución de nitrato de cromo (20% en peso) fue caído lentamente en 30 ml de solución de PVA (7% en peso). Después de agitar durante 0,5 h, 4,0 ml de solución de nitrato de aluminio (20% en peso) se añadió a la de PVA / Cr arriba $(\text{NO}_3)_3$ solución.

A continuación, 6,0 ml de etanol se añaden bajo agitación, y la reacción transcurrió en un baño de agua a 60°C durante 5 h. Por lo tanto, una solución viscosa de PVA / Cr $(\text{NO}_3)_3$ / $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ compuestos se obtuvo para electrospinning.

Preparación de nanofibras

La solución viscosa de PVA / Cr $(\text{NO}_3)_3$ / $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ compuestos estaba contenida en un capilar de plástico. Un pasador de cobre conectado a un generador de alta tensión se colocó en la solución, y la solución se mantuvo en el capilar por ajustar el ángulo entre el capilar y la barra de fijación. El tambor del hierro a tierra, cubierto con papel de aluminio, que se sirve como el contra electrodo. Un voltaje

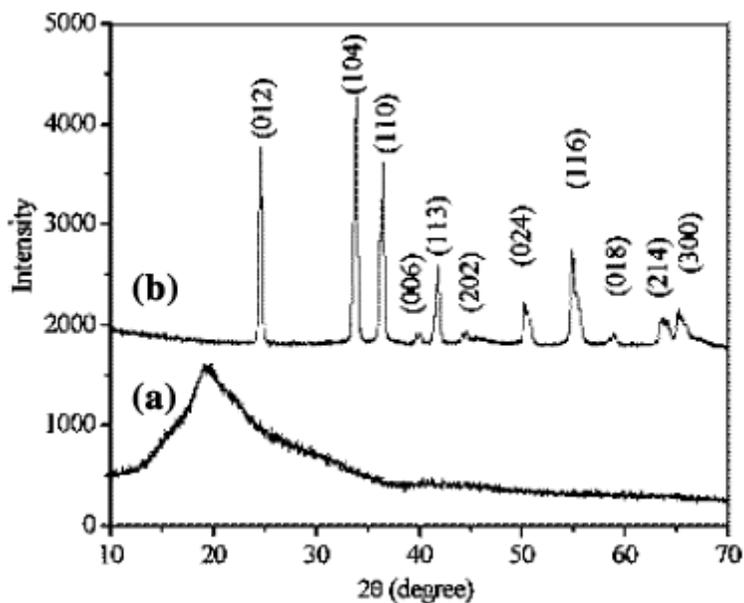
de 8 kV se aplicó a la solución y una densa red de fibras se recogió en el papel de aluminio. Las fibras así formadas se secaron inicialmente a 80 ° C durante 12 horas bajo vacío. Por fin, la muestra fue calcinada a 700 ° C con una tasa de 240° C h-1 y se mantuvo durante 6 h.

Caracterización

Patrones de XRD de las muestras se registraron por un Siemens Difractómetro D5005 , exploraciones se hicieron de 10° a 70 ° (2θ) a la velocidad de 2 ° min⁻¹ , se filtró - Ni CuK α era utilizado . Los espectros de IR se obtuvieron en Magna 560 FT-IR espectrómetro con una resolución de 1 cm⁻¹ . Para SEM investigación, se utilizó un Hitach - 600 . Superficie específica BET áreas se determinó en una ASAP 2010M a -196° C de nitrógeno líquido.

Difracción de rayos X

Los espectros de difracción de rayos X de la muestra como se ha preparado y calcinado (en 700 C) fibras Se comparan en la figura. 1. El pico ancho alrededor de 20° en la figura. 1 (a) , correspondiente a la (101) plano de semi-cristalino de PVA [23] , muestra que el cristalinidad del PVA está muy condicionado por la presencia de nitrato de cromo y nitrato de aluminio en el PVA /Cr (NO₃)₃/Al (NO₃)₃ fibras compuestas , que indica que puede haber interacciones entre PVA y especies inorgánicas . Sin embargo, después de la calcinación a 700 ° C en la fig. 1b, el pico semi-cristalino de PVA desaparece, y bien definidas características se observa debido a la cristalización de óxidos de cromo, que está de acuerdo con la literatura (JCPDS 85-0869) . En particular, no hay picos significativos para el aluminio óxidos se encuentran debido a su naturaleza amorfa antes de 900°C.



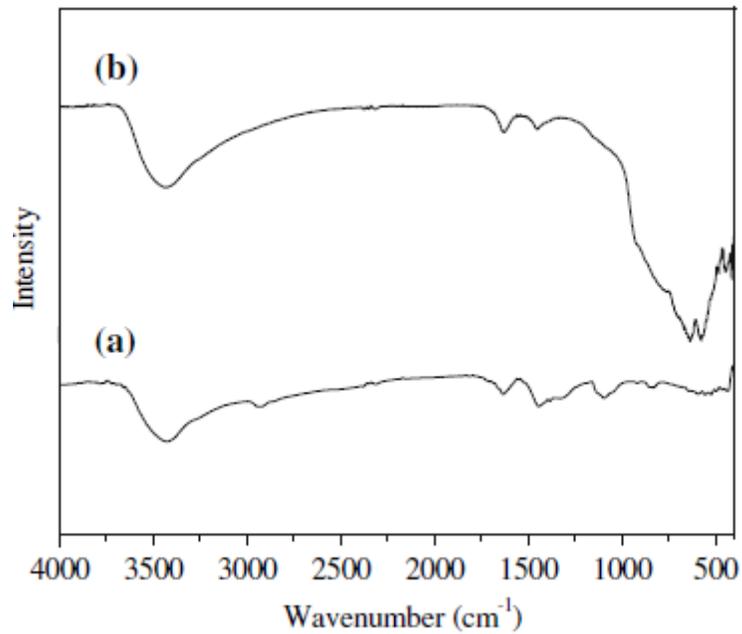
La figura. 1 Los resultados de DRX para diferentes fibras (a) de PVA / Cr (NO₃)₃/Al (NO₃)₃ fibras compuestas; (b) fibras calcinado a 700°C

Espectros de FT-IR

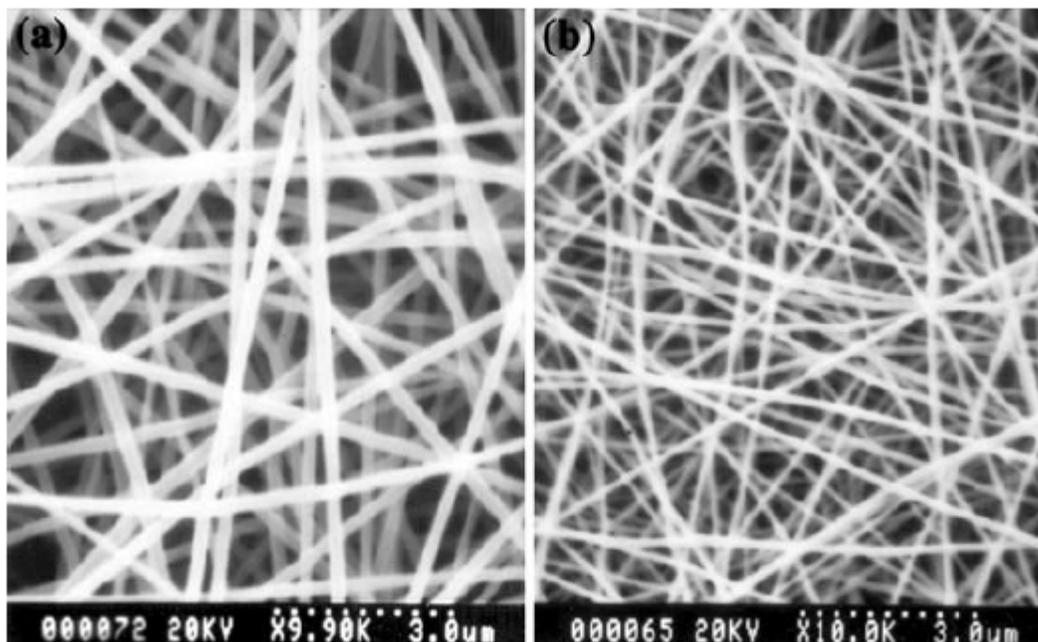
La figura 2 da los espectros de FT-IR de diversas muestras de fibras. La presencia de agua en las muestras se reveló por las bandas características a aproximadamente 3430 y 1630 cm⁻¹, tanto en la figura. 2a y b. Estas dos bandas se identifican, respectivamente, como O-H estiramiento y el modo de vibración de flexión. Por otra parte, los picos característicos de PVA desaparecen en la figura. 2b. Están asimétrica CH₂ estiramiento o alifáticos C-H se extiende en 2933 cm⁻¹, C-H flexión o CH₂ tijera a 1465 cm⁻¹ y C-O que estira en 1094 cm⁻¹ [25-27]. Al mismo tiempo, después de calcinar la muestra, nueva picos a 635 cm⁻¹ y 585 cm⁻¹ que asignan a la vibraciones de metal-oxígeno de MCR-S y en 400 cm⁻¹ que atribuido a MCR-O y Mal-O [28, 29] aparecen en la figura. 2b.

Asociar con resultados de DRX, se puede ver claramente que todos las moléculas orgánicas se eliminan por completo de PVA / Cr (NO₃)₃/Al (NO₃)₃ fibras de material compuesto después de la calcinación a 700 ° C. Se indica que las fibras

obtenidas a esta temperatura son especies inorgánicas puras, y la formación de Fibras compuestas $\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ ha sido confirmada.



La figura. 2 espectros FT-IR para diferentes fibras: (a) de PVA / $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3/\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ fibras compuestas; (b) fibras calcinado a 700° C



La figura. 3 La morfología de la diversas fibras: (a) de PVA / Cr (NO₃)₃/Al (NO₃)₃ composite fibras; (b) fibras calcinó a 700° C

Microscopía electrónica de barrido

Las fotografías de SEM de PVA / Cr (NO₃)₃/Al (NO₃)₃ compuesto fibras y las fibras calcinados a 700°C se muestran en la figura. 3. Podría verse que las fibras con superficie lisa y diámetros de 50-150 nm se obtienen después de la calcinación. Mientras tanto, debido a la descomposición de PVA y la eliminación de grupo NO₃ de nitrato de cromo y de aluminio moléculas de nitrato, los diámetros de las fibras calcinados a 700° C (Fig. 3b) vuelto más pequeño que el de no calcinado (Fig. 3a). Y, las fibras calcinados a 700° C están todavía tienen área de superficie BET de aproximadamente 103,25 m² / g, que indica que las fibras compuestas Cr₂O₃/Al₂O₃ pudieran poseer alta actividad catalítica debido a su elevada área superficial.

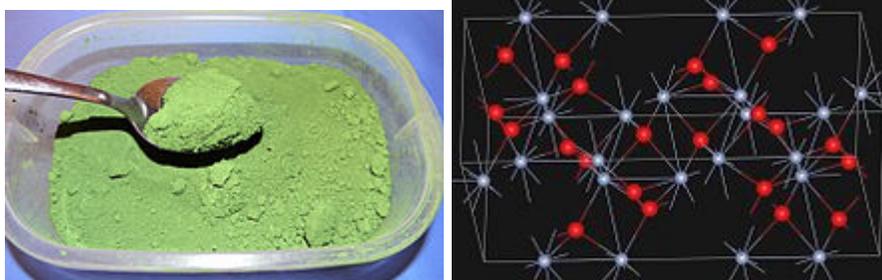
Por primera vez, nanofibras compuestas Cr₂O₃/Al₂O₃, con el diámetro de 50-100 nm, se fabricaron por calcinación las nanofibras electrohiladas de PVA / Cr (NO₃)₃/Al (NO₃)₃ compuestos. Este enfoque simplista podría prometernos algunas posibles aplicaciones de Cr₂O₃/Al₂O₃ unidimensional compuesto. Mediante la modificación de los parámetros de método sol-gel y el proceso de electrospinning, también se podría esperar fabricar nanofibras de materiales compuestos con menor de diámetro

Oxido de Cromo III

El óxido de cromo (III) Cr₂O₃ es un compuesto inorgánico. Es uno de los principales óxidos del cromo y se utiliza como pigmento. En la naturaleza, se encuentra en la eskolita, un mineral raro.

Estructura y propiedades

El Cr_2O_3 adopta la estructura del corindón, hexagonal compacta. Consta de una matriz de óxido de aniones con 2/3 de los agujeros octaédricos ocupados por cromo. Al igual que el corindón, el Cr_2O_3 es un material duro, frágil (dureza de Mohs 8-8.5). Es antiferromagnético hasta 307 °K, la temperatura de Neel. No es fácilmente atacado por ácidos o bases, aunque con álcalis fundidos da cromitas (sales con el anión $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$, no debe confundirse con el mineral cromita). Se vuelve marrón cuando se calienta, pero vuelve a su color verde oscuro original cuando se enfría. También es higroscópico.



Propiedades Físicas y Químicas del Óxido de Cromo Cr_2O_3

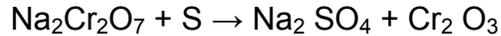
Nombre (IUPAC) sistemático	
Óxido de cromo(II)	
Fórmula molecular Cr_2O_3	
Identificadores	
Número CAS	1308-38-9

Propiedades físicas	
Apariencia	negro
Densidad	5.22 kg/m³ ; 0,00522 g/cm³
Masa molar	151.9904 g/mol g/mol
Punto de fusión	2435 °C (2708 K)
Punto de ebullición	de 4000 °C (4273 K)
Estructura cristalina	hexagonal
Propiedades químicas	
Solubilidad en agua	insoluble
Solubilidad en metanol	insoluble en alcohol, acetona, ácidos

Síntesis de Cr₂O₃

Los parisinos Pannetier y Binet prepararon en primer lugar, en 1838 mediante un proceso secreto, la forma transparente de hidratado de Cr₂O₃, que se vendía como pigmento.³ Es un derivado del mineral cromita, (Fe, Mg) Cr₂O₄. La conversión de

cromita a cromia se realiza a través del dicromato de sodio ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), que se reduce con azufre a altas temperaturas:



El óxido también se forma por la descomposición de sales de cromo tales como nitrato de cromo o por la descomposición exotérmica de dicromato de amonio.

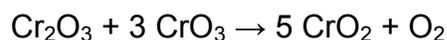


La reacción tiene una baja temperatura de ignición, menos de 200°C , y se utiliza frecuentemente para realizar simulaciones educativas de "volcanes".

El óxido de cromo se puede convertir en cromo metálico a través de una reacción de termita similar a la del óxido de hierro: como diferencia, las termitas de óxido de cromo crea pocas, o ninguna, chispas, ni humo o sonido, pero brilla. Debido al punto de fusión muy alto del cromo, no es práctica la colada mediante termita de cromo.

Aplicaciones del Óxido de Cromo

Gracias a su gran estabilidad, el óxido de cromo es un pigmento de uso común y originalmente fue llamado Viridian. Se utiliza en pinturas, tintas, y los vasos. Es el colorante en el "verde de cromo" y "verde institucional". El óxido de cromo (III) es el precursor del pigmento magnético dióxido de cromo, de acuerdo con la siguiente reacción:



Es uno de los materiales que se emplean para pulir los bordes de cuchillas en una pieza de cuero (también llamado afilar). En este contexto, es a menudo conocido como compuesto verde.

Nanofibras

Historia

Las nano-fibras fueron desarrolladas por un equipo en el Instituto de Tecnología de Georgia, liderado por Zhong Lin Wang.

Hasta ahora sólo los EEUU, Alemania y Japón podían fabricar estas fibras de un diámetro cien mil veces menor que el cabello humano, y que permiten añadir a los tejidos propiedades hasta ahora inimaginables.

Las nano-fibras fueron desarrolladas por un equipo en el Instituto de Tecnología de Georgia, liderado por Zhong Lin Wang. estas fibras tienen un diámetro cien mil veces menor que el cabello humano, y que permiten añadir a los tejidos propiedades hasta ahora inimaginables

También Zhao, Hong-Ping, Xi-Qiao Feng, and Huajian Gao, utilizaron el método de Ultrasonido que es una técnica de ultrasonidos para la extracción de nanofibras a partir de materiales naturales. Las nanofibras obtenidas tienen diámetros uniformes en el intervalo de 25-120nm y poseen las estructuras jerárquicas optimizadas y propiedades superiores de materiales naturales

Park, Sang Hu, Tae Woo Lim, Dong-Yol Yang, Nam Chul Cho, and Kwang-Sup Lee. Utilizaron el método Fotopolimerización .Fabricación de un conglomerado de nanofibras 30-nm con microcanales dentro, usando fotopolimerización a través de una técnica de larga exposición utilizando dos fotones fotopolimerización iniciada (TPP) que es un método de fotopolimerización que implica técnica de láser con una larga exposición (LET), en este método la generación selectiva de nanofibras en un área local es posible.

Otro Método fue la Estereolitografía de dos fotones para la realización de dispositivos ultraprecisos tridimensionales nano / micro. La Estereolitografía de dos fotones (TPS) ofrece muchas ventajas para el logro de dos dimensiones (2D)

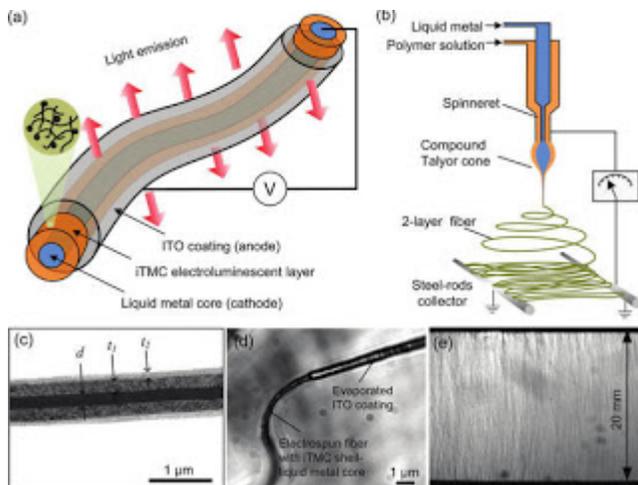
y estructuras en tres dimensiones (3D) polimérico micrómetro escala, cerámicos y metálicos aplicables a microdispositivos ópticos y neo - electrónicos complicados.

La Técnica escasa-exposición en la polimerización de dos fotones holográfica, es la Polimerización de dos fotones holográfica y se basa en una alta velocidad, baja pérdida paralela técnica de irradiación láser en el interior de materiales fotosensibles mediante un holograma generado por computadora que se muestra en un cristal modulador de luz espacial en líquido.

Obtención de Nanofibras

Para obtener una nanofibra, se utiliza el método conocido como electrohilado (electrospinning), que permite producir filamentos continuos cien veces inferiores a los métodos convencionales. Dichos filamentos se depositan en una membrana o malla no tejida llamada material nanofibroso.

Para generar la nanofibra polimérica por electrohilamiento (electrospinning) se usa un campo eléctrico que se forma entre dos placas paralelas. En la placa superior hay una bomba por donde se deposita el polímero que es un compuesto químico cuyas moléculas están formadas por la unión de moléculas más pequeñas. Al aplicarle el campo eléctrico, se acumulan cargas en la superficie y esas cargas alargan la burbuja del polímero, se produce un goteo y se luego se forma la fibra. Cuando la fibra comienza a hacer como un látigo, entonces el polímero se estira y en la medida en que se estira se pone solvente. Lo que se deposita en la superficie es una fibra seca con un diámetro de entre 50 y 500 nanómetros.



Propiedades

- *Antimicrobianos: no permiten desarrollar olor a transpiración.
- *Antiácaros: para alérgicos.
- *Anti-UV: protector solar.
- *Luminiscencia: para seguridad.
- *Reflectancia: permite desarrollar indumentaria que por sus propiedades de camuflaje logra mimetizarse con el medio exterior.
- *Autolimpiante: impide que penetren las manchas.
- *Microencapsulado: para mantener la temperatura corporal.
- *Materiales que respiran: impermeables al agua pero permeables para eliminar la transpiración.
- *Hidrofobicidad.
- *Efecto barrera térmica.
- *Control de la electricidad estática.
- *Solidez de los colores.
- *Antillama.
- *Resistencia mecánica a la tracción, rasgada y abrasión.

2.2 Nanocompósitos

Técnicas de formación de nanocompuestos. Existe una gran diversidad de procesos con los cuales se pueden obtener nanomateriales. Mediante algunos de estos procesos se pueden obtener homopolímeros ó copolímeros, polímeros estructurados (tipo núcleo–coraza) y nanocompuestos poliméricos (hidrogeles) [16]. Algunos de estos procesos son descritos a continuación.

El mezclado en fundido, consiste en llevar el polímero hasta su temperatura de fusión y mezclarlo con las nanopartículas, las cuales son dispersadas en la matriz polimérica mediante esfuerzos de corte. Las ventajas de esta técnica son que no requiere disolventes y que los materiales se pueden procesar por técnicas sencillas como inyección o extrusión [17].

El siguiente método es el mezclado en solución, las nanopartículas se suspenden en un disolvente orgánico polar mediante agitación mecánica o ultrasonido y se le añade el polímero disuelto en un segundo disolvente. Una vez que se consigue que las cadenas de polímero se intercalen entre las capas de nanopartículas, se elimina el disolvente por evaporación, obteniéndose el nanocompuesto. Generalmente esta técnica es utilizada a escala de laboratorio debido a la desventaja del uso de grandes cantidades de disolventes porque es difícil aplicarla a nivel industrial.

La polimerización *in situ*, en la actualidad es uno de los procesos más utilizado para la generación de nanocompuestos. En esta técnica las nanopartículas se incorporan a una solución de monómero y se inicia la polimerización en presencia de estas, una característica importante es que el monómero provee la dispersión de las nanopartículas durante la reacción, generando una mayor interacción entre el polímero y estas. Además, una ventaja que presenta este procedimiento es el que se pueden obtener nanocompuestos con hasta 50% en peso de

nanopartículas, por el contrario, una desventaja es la necesidad que uno o ambos componentes sean modificados superficialmente para lograr una mayor afinidad.

Otro proceso es la tecnología látex, el cual consiste en generar un látex por medio de una polimerización en emulsión y agregar las nanopartículas al látex formado, después se evapora de medio acuoso, y se obtiene el nanocompuesto. El costo de esta tecnología depende de la calidad con la que se desea producir y esta se determina mediante las propiedades reológicas, de adhesión, características de secado, propiedades de formación de película y propiedades ópticas del látex [18, 19, 8]. Estas propiedades dependen en gran medida de la distribución del tamaño de partícula (DTP). La DTP se ve afectada por las condiciones de síntesis durante la polimerización en emulsión como lo es la temperatura y la velocidad de agitación y la concentración de los reactivos [20]. Una ventaja de esta tecnología es que al látex a ser una dispersión coloidal de partículas de polímero en agua, es ambientalmente amigable ya que no se usan disolventes. A continuación se describe de una manera más detalla el proceso.

Una forma de mejorar la interacción entre la nanocarga y la matriz es funcionalizar la superficie de la partícula. De esta forma la partícula se encuentra unida a la matriz mediante enlaces químicos; así, la energía que hay que aplicar a la partícula para separarla de la matriz, es mucho mayor que para una partícula sin funcionalizar. Se ha comprobado que nanotubos funcionalizados con grupos amina o fluorados dan mejores propiedades mecánicas que aquellos sin funcionalizar [3]. Lo mismo ocurre cuando se funcionaliza con surfactantes donde la parte hidrofóbica reacciona con la carga y la hidrofílica con la matriz polimérica.

La variedad de nanofibras que pueden crearse para aplicaciones es muy amplia, como por ejemplo, en almacenamiento de energía, salud, biotecnología, ingeniería ambiental, seguridad, etc. Se han encontrado muchas aplicaciones en diferentes áreas de materiales porosos por su gran área superficial.

Una estructura porosa hecha de nanofibras es un sistema dinámico donde el tamaño de poro y la forma pueden cambiar, a diferencia de estructuras convencionales rígidas porosas. Las nanofibras también pueden ser enlazados para formar una estructura rígida, si es necesario.

Tal vez la técnica más versátil para el proceso de producción de nanofibras con relativamente alta productividad es el electrospinning. Las mallas porosas de nanofibras hechas por electrospinning se han identificado por tener numerosas aplicaciones, como se muestra en la figura 1.8.



Figura 1.8 Aplicaciones potenciales de nanofibras de electrospinning

Existen varios métodos de producción de gran volumen de nanofibras, por ejemplo fibrilación, isla en el mar, chorro de gas y métodos muy precisos como nanolitografía. Sin embargo, su utilidad se ve limitada por las combinaciones de material, el montaje de fibra, los costos y la tasa de producción. En este sentido, el electrospinning tiene una ventaja comparativa por su bajo costo y relativamente alta tasa de producción. Los hilos del orden de micras constituidos por nanofibras puede producirse a una velocidad de 70 m/min, y se pueden formar diferentes ensamblajes.

Casi cualquier polímero soluble con suficientemente alto peso molecular se puede utilizar en esta técnica. Las nanofibras de polímeros naturales [15], mezclas de polímeros [15], nanopartículas de medicina o impregnados de polímeros [1], cerámicas [1] y precursores [1] se han sintetizado con éxito.

Se ha obtenido una gran variedad de morfologías con la técnica de electrospinning como el reborde, cintas, poros y principalmente en forma de núcleo como se muestra en la figura 1.9.

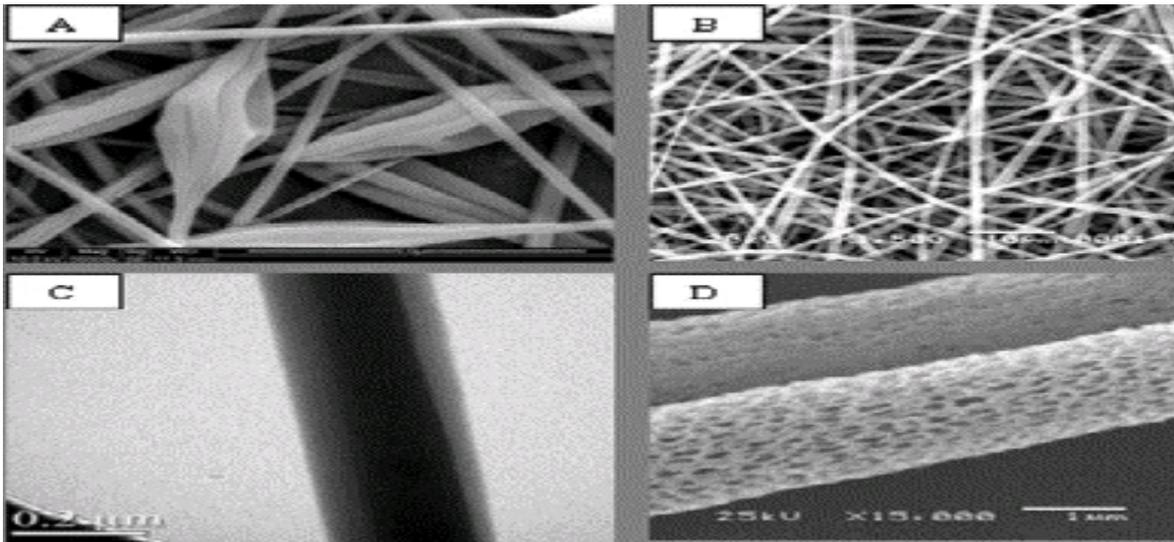


Figura 1.9 *Diferentes morfologías de nanofibras sintetizadas por la técnica de electrospinning A) rebordes ($x \mu\text{m}$), B) cintas ($10\mu\text{m}$), C) núcleos ($0.2\mu\text{m}$) y D) poros ($1\mu\text{m}$).*

3. JUSTIFICACIÓN

La investigación en el área de la ciencia de los materiales es de fundamental importancia para la incorporación de nuevos materiales, que debido a sus estructuras y propiedades permitan extender el campo de aplicación tecnológica. La creación de nanomateriales compuestos (nanocompuestos) está intrínsecamente asociada con el entendimiento de las propiedades que resultan de la combinación y estructuración de materiales distintos. La comprensión de la relación existente entre las propiedades eléctricas, térmicas, así como de estructura electrónica y *la interacción PVP y Nitrato de Cromo III Nonahidratado para síntesis de nanofibras de Óxido de Cromo III*, permitirá la optimización de las propiedades con el propósito de aplicar nuevas funcionalidades en aplicaciones como empaques de disipación, *tintas de impresoras*, materiales piezoeléctricos, sensores, diodos orgánicos emisores de luz (OLED), baterías recargables, materiales electrocrómicos, pantallas, recubrimientos inhibidores a la corrosión, entre otras. Con el presente trabajo se pretende contribuir al desarrollo de nanofibras de óxidos metálicos, en particular del óxido de cromo (Cr_2O_3).

Con el presente trabajo se pretende contribuir al desarrollo de nanofibras de óxidos metálicos, en particular del óxido de cromo III (Cr_2O_3)

4. HIPOTESIS

Se pretende obtener nanofibras de óxidos metálicos; en este trabajo; las nanofibras de Oxido de Cromo III, mediante el método de síntesis llamado Electrospinning.

Esta técnica llamada Electrohilado (Electrospinning), es uno de los métodos usados para la síntesis de una nanofibra excepcionalmente delgada.

5. OBJETIVO GENERAL

Es la síntesis y caracterización de nanofibras de Óxido de Cromo III, el cual sería el producto final del proceso de Electrospinning, mediante la mezcla del precursor *Nitrato de Cromo III Nonahidratado*. ($\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) y un polímero (PVP), disueltos en una mezcla de etanol-agua.

6. OBJETIVOS PARTICULARES

- 1.- Obtención de un compósito de nitrato de cromo y polímero (PVP), mediante el método de electrohilado.
- 2.- Obtener nanofibras de óxido de cromo (Cr_2O_3), después de calcinar el compósito.
- 3.- Realizar un análisis de Termogravimetría TGA a las nanofibras de Oxido de Cromo obtenidas
- 4.- Estudiar la morfología de las nanofibras del compósito de nitrato de cromo y PVP, mediante Microscopía Electrónica de Barrido.
- 5.- Determinar la fase obtenida, después de calcinar el compósito, mediante Difractometría de Rayos-X
- 6.- Determinar el tamaño y la estructura cristalina de las nanofibras de óxido de cromo, mediante Microscopía Electrónica de Transmisión.

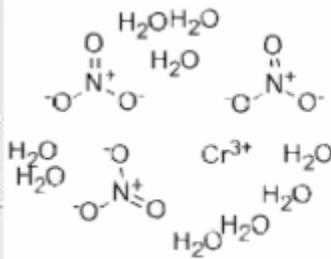
7. MATERIALES Y MÉTODOS

7.1 Materiales Estudiados

Los materiales precursores utilizados para la obtención de nanofibras de óxido de cromo, fueron polyvinilpirrolidona (PVP) y *Nitrato de Cromo III Nonahidratado* ($\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$). En la primera etapa (electrospinning) se obtiene un compuesto polímero-nitrato de cromo y posteriormente, durante el proceso de calcinación se lleva a cabo la síntesis, obteniéndose el óxido de cromo. Las propiedades físicas y químicas de los precursores se muestran a continuación

Chromium nitratelll.($\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)	
$[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	
Propiedades	
Formula molecular	$\text{Cr}(\text{NO}_3)_3$ $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6](\text{NO}_3)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (nonahydrate)
Masa molar	238.011 g/mol (anhydrous) 400.21 g/mol (nonahydrate)
Apariencia	Blue-violet crystals (anhydrous) Purple crystals (nonahydrate)
Densidad	1.85 g/cm ³ (nonahydrate)

Punto de Fusión	de	60.06 °C, 333 K, 140 °F (nonahydrate)
Punto de ebullición	de	> 100 °C (212 °F) (decomp.)
Solubilidad en agua	en	81 g/100 mL (20 °C)



PVP PoliVinylPyrrolidona.

La polivinilpirrolidona es un polímero soluble en agua, formado por cadenas de múltiples vinilpirrolidonas.

Masa molar: 2,5 g/mol

Fórmula: $(C_6H_9NO)_n$

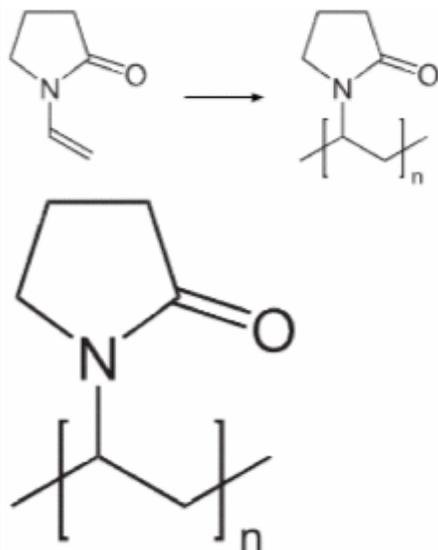
Punto de fusión: 150 °C

Densidad: 1,20 g/cm³

Denominación de la IUPAC: Polyvinylpyrrolidone

Soluble en: Agua

Polyvinylpyrrolidone



IUPAC name[\[hide\]](#)

1-ethenylpyrrolidin-2-one

Other names[\[hide\]](#)

PVP, Povidone, Copovidone

PVPP, Crosopovidone, Polyvidone

PNVP Poly[1-(2-oxo-1-pyrrolidinyl)ethylen] 1-Ethenyl-2-pyrrolidon homopolymer 1-Vinyl-2-pyrrolidinon-Polymere	
Propiedades	
Formula Molecular	$(C_6H_9NO)_n$
Masa Molar	2.500 - 2.500.000 g·mol ⁻¹
Apariencia	white to light yellow, hygroscopic, amorphous powder
Densidad	1.2 g/cm ³
Punto de Fusión	150 - 180 °C (glass temperature)

7.2 Metodología de Síntesis

En la síntesis de las nanofibras se utilizó *Óxido de Cromo III*, con PVP y como solvente una mezcla de etanol y agua.

7.2.1 Preparación de las soluciones poliméricas precursoras

Se preparó una solución con los precursores, mediante la mezcla de una solución inorgánica sal y una solución orgánica de un polímero conductor. Para preparar la solución inorgánica se disolvió nitrato de cromo ($Cr(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ grado reactivo,

Aldrich) en agua destilada. La solución orgánica contenía polivinilpirrolidona (PVP), peso molecular de 1,300,000 Da, Sigma-Aldrich. Una vez que los componentes inorgánicos y orgánicos se disolvieron por separado, se mezclaron las soluciones durante dos horas a temperatura ambiente, dando lugar a la obtención de la solución precursora.

Como se utilizó PVP de 1,300.000 gr/mol para preparar la solución PVP;Agua ;Etanol se utilizó el factor estequimétrico $(8/100)*1,300.000 \text{ gr/mol} /1000\text{ml}= 10.4$ gr de PVP polivinilpirrolidona disueltos en 10ml (etanol)+ 10ml(agua desionizada) con la que se obtuvo una solución del 8% en peso de PVP.

Para preparar la solución 0.4 M (concentración óptima para electrospinning) de nitrato de Cromo II Nonahidratado; $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ según el factor estequiométrico $(20/1000)*400.21\text{gr/mol}= 8.21$ gr de $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ los cuales se disolvieron en 20 ml de agua electro pura.

PRECURSORES: Nitrato de cromo, PVP, ETANOL-AGUA

MOLARIDAD: .4M

%PVP: 8

Tabla 1.1.Detalle de la preparación de las soluciones precursoras.

<i>Muestra</i>	<i>Relación molar</i>	<i>% en peso</i>	<i>Relación en peso</i>
	$\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	Sol. PVP	$\text{PVP} : (\text{Cr}^{3+})$
	0.4	8	1:2.85

7.2.2 Parámetros de síntesis de Electrospinning

FLUJO: .3ML/HR

VOLTAJE: 15 KV

DISTANCIA: 15CM

Formación de las Nanofibras de Óxido de Cromo III.

De la solución precursora se tomaron aproximadamente 3 ml con una jeringa plástica de 22 mm de diámetro. A la jeringa se le acopló una aguja de acero inoxidable de 32 mm de largo (21GX32). La jeringa se colocó en una bomba de infusión que permite controlar el flujo de salida de la solución y se aplicó un alto voltaje entre la aguja y la placa colectora, formada por hojas de aluminio de alta pureza de 10x10 cm. La distancia entre la punta de la aguja y el colector fue uno de los parámetros a manipular durante la formación de las fibras. El tiempo de colección de fibras varió desde unos pocos minutos hasta varias horas. En los casos en que las fibras se colectaron durante varias horas fue necesario retirar las fibras del colector a intervalos de 5 a 10 minutos, debido a que la solución precursora presenta cierta conductividad. Esta condición provocó que el voltaje bajara cuando la acumulación de fibras entre los electrodos era tal que se generaba un puente entre ellos, mismo que se rompía instantes después.

Las fibras colectadas se transfirieron a cánulas de combustión y se calcinaron a 750°C por 1 hora, para obtener las fibras de óxido de cromo.

7.2.3 Electrospinning (Electrohilado)

La técnica de electrospinning ha sido utilizada desde el año 1902 para la obtención de fibras poliméricas [10], aunque más recientemente se ha aplicado también en la fabricación de fibras cerámicas [11] y nanocompuestos [12]. El principio básico de esta técnica es la aplicación de un campo eléctrico intenso a una solución polimérica. Los componentes principales en un arreglo típico son una fuente de alto voltaje que se conecta a una aguja metálica que alimenta la solución polimérica; una bomba de infusión para mantener un flujo constante de la solución (en arreglos verticales se puede utilizar la acción de la gravedad); una placa colectora, ya sea fija o giratoria, que estará conectada a tierra para asegurar la diferencia de potencial entre la aguja de alimentación y el colector [1].

Al igual que ocurre con procesos convencionales de hilado de fibra, la solución generalmente pasa a través de una aguja durante el proceso de electrospinning, aunque hay algunas excepciones. Pero en lugar de utilizar aire o dispositivos mecánicos para crear la fuerza de extrusión, se aplica un alto voltaje de tal forma que las partículas dentro de la solución se cargan, creando una fuerza repulsiva. En un voltaje crítico, la fuerza repulsiva supera la tensión superficial de la solución y un chorro surge desde la punta de la aguja.

A diferencia de los procesos convencionales de hilado, el chorro sólo es estable cerca de la punta de la aguja, después de que el chorro está sujeto a la inestabilidad de flexión. A medida que el chorro cargado se acelera hacia regiones de menor potencial, el disolvente se evapora, mientras que los embrollos de las cadenas de polímero previenen que el chorro se rompa.

Esto da lugar a la formación de las fibras. Se utiliza una placa de material conductor con el fin de que haga tierra, por lo general se utilizan placas de aluminio para recolectar las fibras. La figura 1.7 muestra con detalle el principio básico del electrohilado

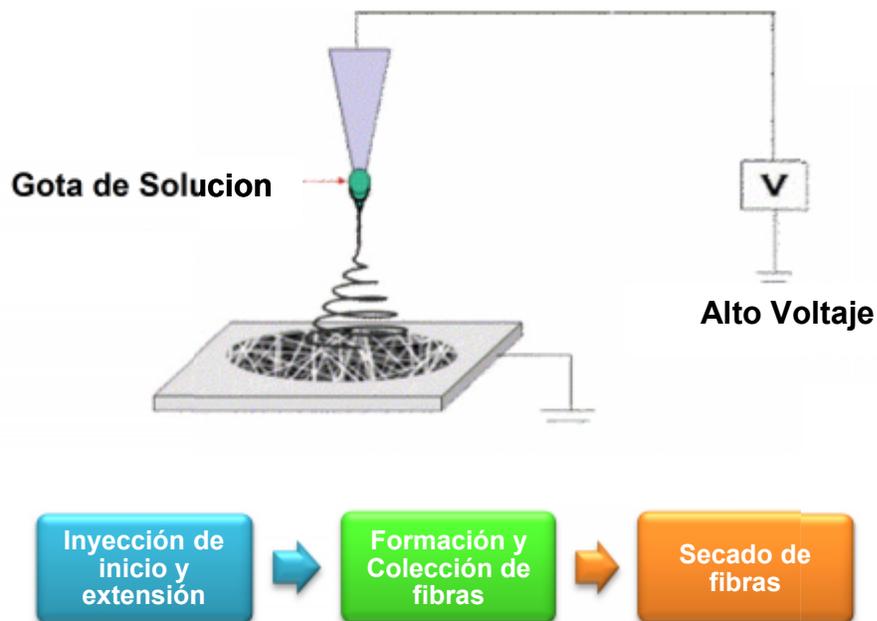


Figura 1.7 Principio básico de electrohilado (electrospinning).

Para obtener las fibras cerámicas se combina la técnica de electrospinning con el método de sol-gel como es el caso de las nanofibras de titanato zirconato de plomo [13], titanato de bario [14], hierro con dos fases distintas [11], etc.

El método de sol-gel se basa en la obtención de un sol de compuestos orgánicos y iones metálicos que bajo ciertas condiciones polimeriza, dando lugar a un gel con iones metálicos dispersos en él [14].

En el caso de la obtención de fibras cerámicas no se lleva a cabo la polimerización del sol puesto que se utiliza un polímero en solución, pero el resultado final es el mismo, un polímero con iones metálicos dispersos. Generalmente, el método de sol-gel se utiliza para la obtención de polvos nanométricos luego del proceso de sinterización del gel, sin embargo, si al gel se le da una forma determinada, como en el caso de las fibras, entonces los cristales formados durante la calcinación conservarán, en cierta medida, dicha morfología.

Las nanofibras son capaces de formar una malla muy porosa y su gran proporción superficie-volumen mejora el rendimiento para muchas aplicaciones. El método de electrospinning tiene la capacidad única de producir nanofibras de diferentes materiales fibrosos en diferentes áreas. La tasa relativamente alta de producción y la simplicidad del manejo e instalación de la técnica de electrospinning hace que sea muy atractiva, tanto para el mundo académico como para la industria.

7.3 Metodologías de caracterización

El estudio de la caracterización estructural y de las propiedades del sistema PVP-Óxido de Cromo III fue llevado a cabo empleando técnicas experimentales que son descritas a continuación.

7.3.1 Microscopía Electrónica de Transmisión

Microscopía electrónica de transmisión (TEM) es una técnica de microscopía por el que un haz de electrones se transmite a través de una muestra muy delgada, interactuando con la muestra a medida que pasa a través de ella. Una imagen se forma a partir de la interacción de los electrones transmitidos a través de la

muestra; la imagen se amplía y se centra en un dispositivo de formación de imágenes, tal como una pantalla fluorescente, en una capa de película fotográfica, o para ser detectado por un sensor tal como una cámara CCD.

El TEM tiene la capacidad de formar imágenes a una resolución significativamente más alta que los microscopios de luz, debido a la pequeña longitud de onda de De Broglie de los electrones. Esto permite al usuario del instrumento examinar los detalles finos, incluso tan pequeño como una sola columna de átomos, que es de decenas de miles de veces más pequeño que el más pequeño objeto que se resolver en un microscopio óptico. El TEM constituye un método de análisis importante en una variedad de campos científicos, en las ciencias físicas y biológicas. El TEM encuentra aplicación en la investigación del cáncer, la virología, la ciencia de los materiales, así como la contaminación, la nanotecnología y la investigación de semiconductores.

A aumentos más pequeños el TEM genera imágenes de contraste, lo cual es debido a la absorción de electrones en el material, debido al espesor y la composición del material. Modos alternativos de su uso permiten utilizar el TEM para observar modulaciones en la identidad química, la orientación del cristal y la estructura electrónica.

Un microscopio electrónico de transmisión se compone de una fuente de emisión, que puede ser un filamento de tungsteno, o de hexaboruro de lantano (LaB₆). [19] Para el tungsteno, esto será de la forma de un filamento de estilo horquilla, o un pequeño filamento en forma de pico. Las fuentes de LaB₆ utilizan cristales individuales pequeños. Mediante la conexión de este cañón a una fuente de alto voltaje (normalmente ~ 100-300 kV) el cañón, si tiene suficiente corriente, empieza a emitir electrones ya sea por efecto termoiónico o mediante emisión de campo. Esta extracción es generalmente ayudada por el uso de un cilindro de Wehnelt. Una vez extraídos los electrones, las lentes superiores del TEM permiten la formación de la sonda de electrones para la interacción posterior con la muestra deseada.

La manipulación del haz de electrones se lleva a cabo utilizando dos efectos físicos. La interacción de los electrones con un campo magnético hará que los electrones se muevan de acuerdo con la regla de la mano derecha, permitiendo así electroimanes para manipular el haz de electrones. El uso de campos magnéticos permite la formación de una lente magnética de poder de enfoque variable de la forma de la lente de origen debido a la distribución de flujo magnético. Además, los campos electrostáticos pueden causar que los electrones se desvíen a través de un ángulo constante. El acoplamiento de dos desviaciones en direcciones opuestas con un pequeño espacio intermedio permite la formación de un cambio en la trayectoria del haz, la cual fue utilizada en TEM de haz de desplazamiento, posteriormente esta es extremadamente importante para STEM. A partir de estos dos efectos, así como el uso de un sistema de imágenes de electrones, un control suficiente sobre la trayectoria del haz es posible para la operación del TEM [JEM2200FS]. La configuración óptica de un TEM puede ser cambiado rápidamente, a diferencia de que para un microscopio óptico, como lentes en la trayectoria del rayo pueden estar habilitadas, tener su fuerza cambiada, o ser desactivado por completo simplemente a través de una rápida conmutación eléctrica, la velocidad de los cuales está limitado por efectos tales como la histéresis magnética de las lentes.

Óptica

Las lentes de un TEM permiten la convergencia del haz, con el ángulo de convergencia como un parámetro variable, dando al TEM la capacidad de cambiar la ampliación simplemente modificando la cantidad de corriente que fluye a través de la bobina, cuadrupolo o lente hexapolar. La lente cuadrupolar es una disposición de bobinas electromagnéticas en los vértices del cuadrado, lo que permite la generación de una lente magnética, la configuración hexapolar simplemente mejora la simetría de la lente mediante el uso de seis, en lugar de cuatro bobinas.

Normalmente, un TEM se compone de tres etapas de la lente. Las etapas son las lentes de condensador, las lentes de objetivos, y las lentes del proyector. Las

lentes de condensador son responsables de la formación de haz primario, mientras que las lentes del objetivo enfocan el haz que llega a través de la propia muestra (en modo de escaneo STEM, también hay lentes del objetivo por encima de la muestra para hacer que el haz de electrones incidente convergente). Las lentes del proyector se usan para expandir el haz sobre la pantalla de fósforo u otro dispositivo de imagen, como la película. El aumento del TEM es debido a la relación de las distancias entre la muestra y la lente objetiva.

Display

Los sistemas de imágenes en un TEM consisten en una pantalla de fósforo, que puede estar hecha de una película fina (10-100 micras) de partículas de sulfuro de zinc, para la observación directa por el operador. Opcionalmente, un sistema de grabación de imágenes tal como una película de pantalla YAG CCDs acopladas base o dopado. Normalmente, estos dispositivos pueden ser retirados o insertados en la trayectoria del rayo por el operador según sea necesario.

Sistema de Vacío

Para aumentar el recorrido libre medio de la interacción gas de electrones, un TEM estándar es evacuado a bajas presiones, típicamente del orden de 10^{-4} Pa. [23] La necesidad de esto es doble: en primer lugar el ajuste por la diferencia de voltaje entre el cátodo y el suelo sin generar un arco, y en segundo lugar para reducir la frecuencia de las colisiones de electrones con átomos de gas a niveles insignificantes-este efecto se caracteriza por el recorrido libre medio. El sistema de vacío para la evacuación de un TEM a un nivel de presión de funcionamiento consta de varias etapas. Inicialmente un vacío bajo o desbaste se consigue, ya sea con una bomba rotativa de paletas o bombas de membrana con lo que el TEM a una presión suficientemente baja para permitir la operación de un turbomolecular o bomba de difusión que trae el TEM a su alto nivel necesario para las operaciones de vacío. Para permitir la bomba de vacío bajo para no requerir una operación continua, mientras que continuamente de funcionamiento de las bombas turbomoleculares, el lado de vacío de una bomba de baja presión puede

estar conectado a las cámaras que alojan los gases de escape de la bomba turbomolecular. [24] Las secciones del TEM se puede aislar mediante el uso de la presión de limitación de aberturas, para permitir diferentes niveles de vacío en áreas específicas, tales como un mayor vacío de 10^{-4} a 10^{-7} Pa o más altos en el cañón de electrones en alta resolución o en el campo TEM de emisión.

Un mal vacío en un TEM puede causar varios problemas, de la deposición de gas dentro del TEM sobre la muestra como se está viendo a través de un proceso conocido como deposición por haz de electrones inducida, o en los casos más graves daños en el cátodo de una descarga eléctrica. [25] Los problemas de vacío debido a la sublimación de la muestra están limitadas por el uso de una trampa fría para adsorber gases de sublimados en la proximidad de la muestra. 24

Las imágenes de los materiales estudiados fueron obtenidas en el entorno del Microscopio Electrónico de Transmisión (MET) PHILIPS CM-200 que opera con un voltaje máximo de 200 kV y una resolución máxima de 0.25 nm. También se obtuvieron imágenes en el MET de emisión de campo marca JEM-2200FS que trabaja a un voltaje máximo de 200 kV, y resoluciones de 0.19 nm y 0.10 nm, en modo TEM y en modo STEM, respectivamente. La composición elemental de los materiales fue determinada mediante Espectroscopía de Dispersión de Energía de Rayos-X (EDS por su acrónimo en inglés), éste es un análisis semicuantitativo que se ejecuta en ambos modos de operación en un detector EDS marca EDAX.

7.3.2 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

El *Microscopio electrónico de barrido* o *SEM (Scanning Electron Microscope)* JSM5800LV,, es aquel que utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra. También produce imágenes de alta resolución, que significa que características espacialmente cercanas en la muestra pueden ser examinadas a una alta amplificación. La

preparación de las muestras es relativamente fácil pues la mayoría de los SEM y sólo requieren que estas sean conductoras.

En el microscopio electrónico de barrido la muestra generalmente es recubierta con una capa de carbono o una capa delgada de un metal como el oro para darle propiedades conductoras a la muestra. Posteriormente, se barre la muestra con electrones acelerados a través del cañón. Un detector mide la cantidad de electrones enviados que arroja la intensidad de la zona de la muestra, siendo capaz de mostrar figuras proyectadas en una imagen de TV o una imagen digital. Su resolución está entre 4 y 20 nm, dependiendo del microscopio. Fue inventado en 1937 por Manfred von Ardenne. Permite obtener imágenes de gran resolución en materiales pétreos, metálicos y orgánicos. La luz se sustituye por un haz de electrones, las lentes por electroimanes y las muestras se hacen conductoras metalizando su superficie.

En el microscopio electrónico de barrido es necesario acelerar los electrones en un campo eléctrico, lo cual se lleva a cabo en la columna del microscopio, donde se aceleran mediante una diferencia de potencial de 1000 a 30000 voltios. Los electrones acelerados por un voltaje pequeño se utilizan para muestras muy sensibles, como podrían ser las muestras biológicas sin preparación adicional o muestras muy aislantes. Los voltajes elevados se utilizan para muestras metálicas, ya que éstas en general no sufren daños como las biológicas. Los electrones acelerados salen del cañón y se enfocan mediante las lentes condensadora y objetiva, cuya función es reducir la imagen del filamento, de manera que incida en la muestra un haz de electrones lo más pequeño posible (para así tener una mejor resolución). Con las bobinas deflectoras se barre este fino haz de electrones sobre la muestra, punto por punto y línea por línea.

Cuando el haz incide sobre la muestra, se producen muchas interacciones entre los electrones del mismo haz, y los átomos de la muestra; puede haber, por

ejemplo, electrones que reboten como las bolas de billar. Por otra parte, la energía que pierden los electrones al "chocar" contra la muestra puede hacer que otros electrones salgan despedidos (electrones secundarios), y producir rayos X, electrones Auger, etc. El más común de éstos es el que detecta electrones secundarios, y es con él que se hace la mayoría de las imágenes de microscopios de barrido.

También podemos adquirir la señal de rayos X que se produce cuando se desprenden estos mismos de la muestra, y posteriormente hacer un análisis elemental de la muestra.

7.3.3 Difracción de Rayos-X

Los rayos-X son ondas electromagnéticas de alta energía (200 eV - 1 MeV) que se producen al desacelerar rápidamente electrones. El proceso involucrado en la desaceleración de los electrones es una colisión inelástica que ocurre entre un electrón ubicado en un orbital cercano al núcleo atómico y un electrón libre. Esta interacción inelástica promueve una transición electrónica que origina un rayo-X característico del material (*Suryanarayana, et al., 1998*). El análisis de difracción de rayos-X (DRX) de los materiales fue llevado a cabo a temperatura ambiente en un difractómetro automático Panalytical (modelo Xpert' Pro), equipado con un monocromador de cuarzo (Cu-K α λ = 1.54056 Å).

7.3.4 Analisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico (TGA) es la técnica que mide el cambio de masa de una muestra mientras se somete a un programa de temperatura controlado en una atmosfera definida. Esta técnica se emplea en el estudio de aquellos procesos térmicos que llevan asociados cambios en la masa (descomposición sublimación, vaporización, oxidación, desorción...).

Entre las aplicaciones más importantes del TGA se pueden destacar:

- Estudio de la estabilidad térmica de materiales
- Análisis de la composición de una muestra (contenido en humedad, volátiles, etc.).
- Determinación de la temperatura de las transformaciones
- Estudio de la estabilidad oxidativa de materiales
- Estudio de los perfiles de degradación de polímeros

8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

8.1 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Se utilizó ya que en SEM vemos las fibras del compuesto (precursores + polímero) y aquí sólo checamos que del equipo de electrospinning se hayan obtenido las fibras

Las fibras del compuesto Polivinilpirrolidona-Nitrato de cromo, obtenidas por el método de electrospinning fueron analizadas en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) JSM5800LV, se muestran en las figuras 1-18. Las micrografías fueron adquiridas en diferentes zonas y con varias ampliaciones. En esta etapa, el objetivo fue comprobar que se habían obtenido, efectivamente, las nanofibras del compuesto. Como puede observarse, existe una amplia distribución de diámetros, apreciándose unas muy delgadas de menos de 100 nm hasta unas de varios cientos de nm. Sin embargo, cada fibra individual tiene un diámetro bastante uniforme. En este punto podemos afirmar que el proceso fue exitoso.

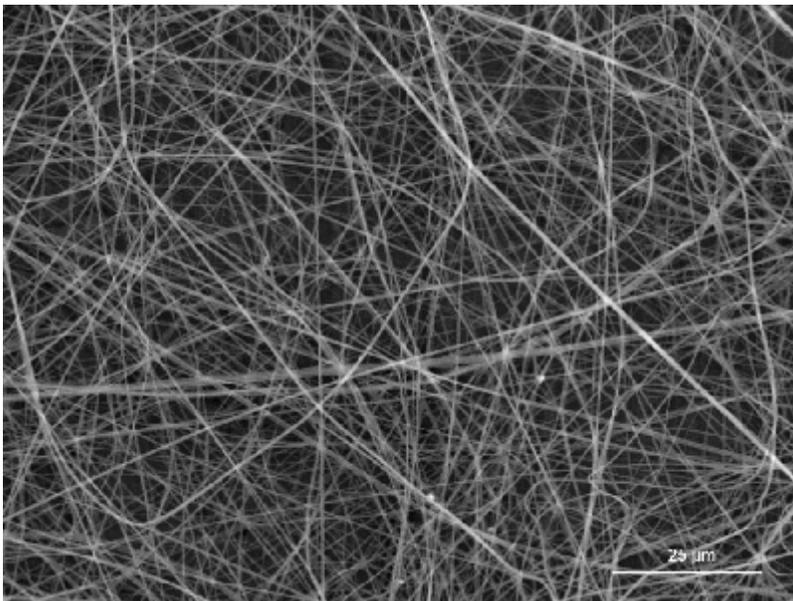


FIG. 1: Micrografía del compuesto PVP-Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

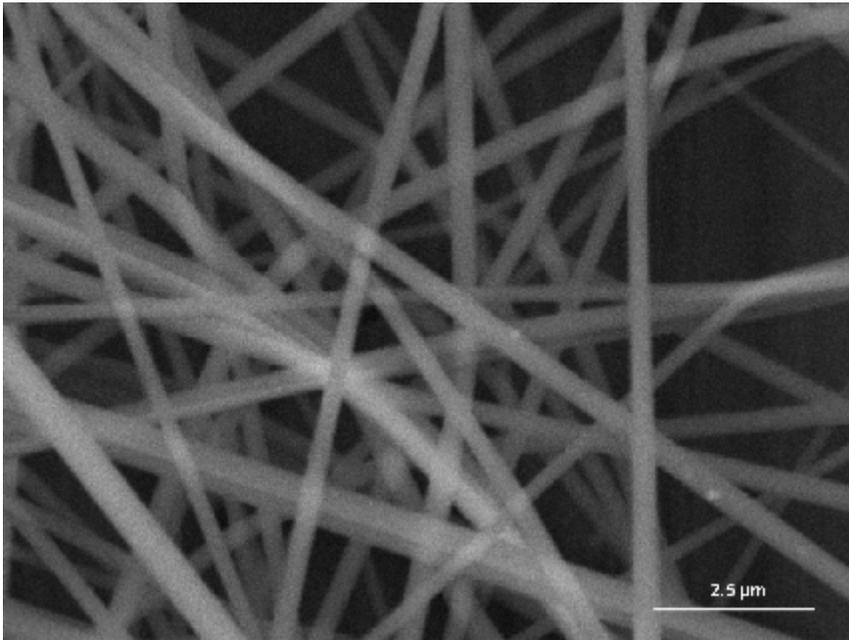


FIG. 2: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

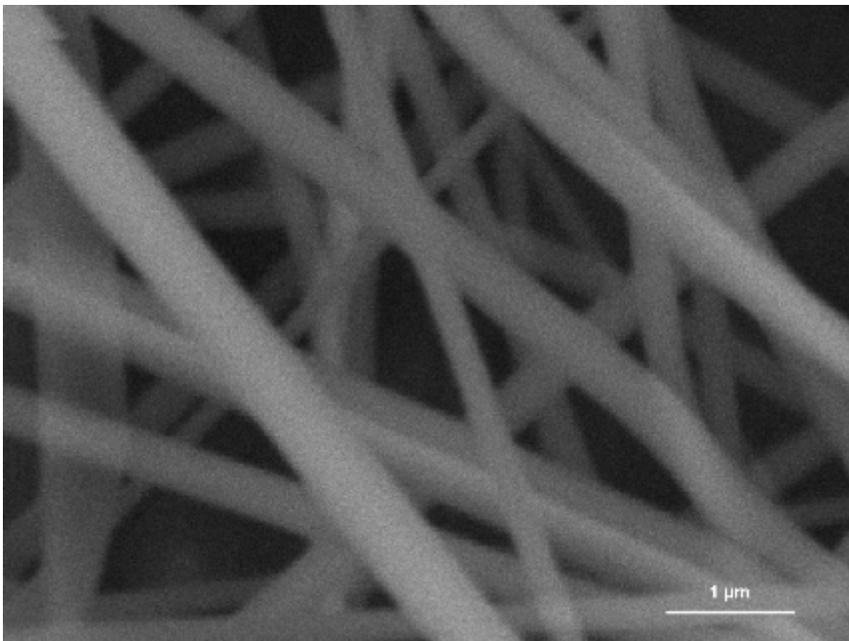


FIG. 3: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

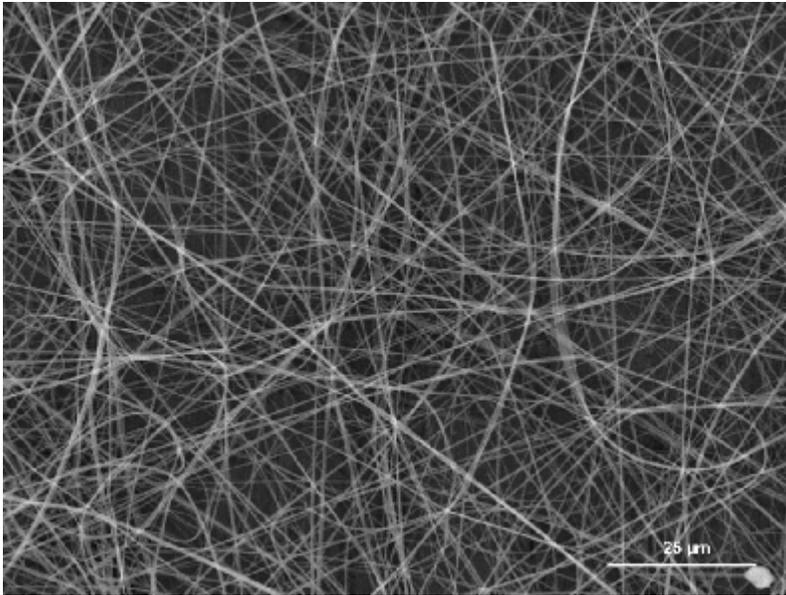


FIG. 4: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

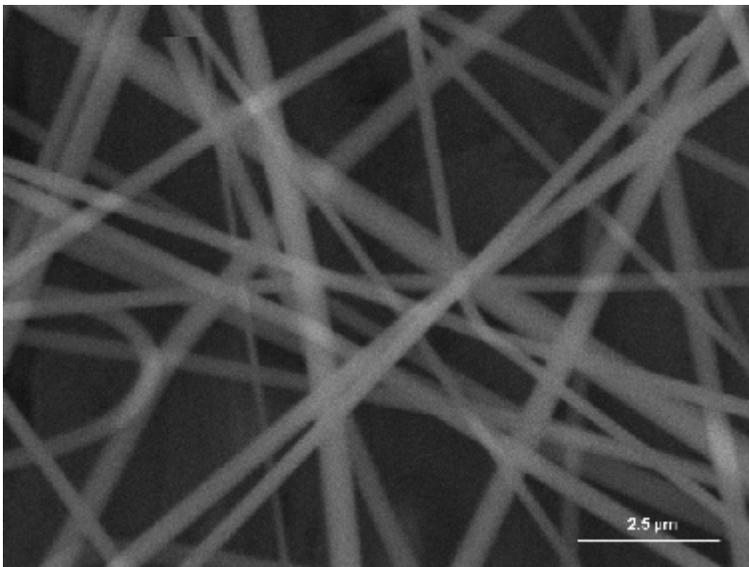


FIG. 5: Micrografía del compuesto PVP-Óxido de Cromo obtenida en SEM.

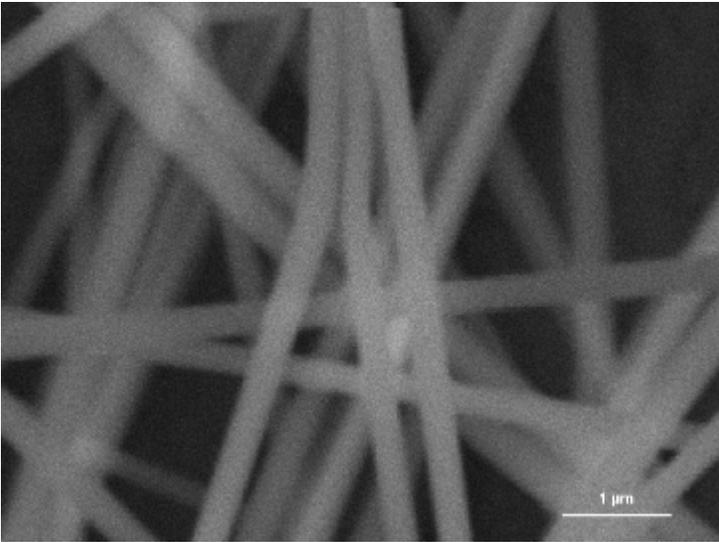


FIG. 6: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

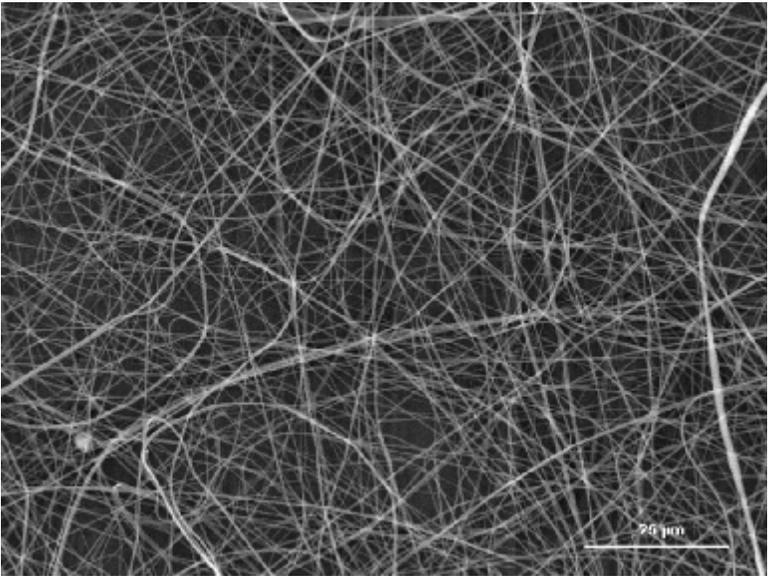


FIG. 7: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

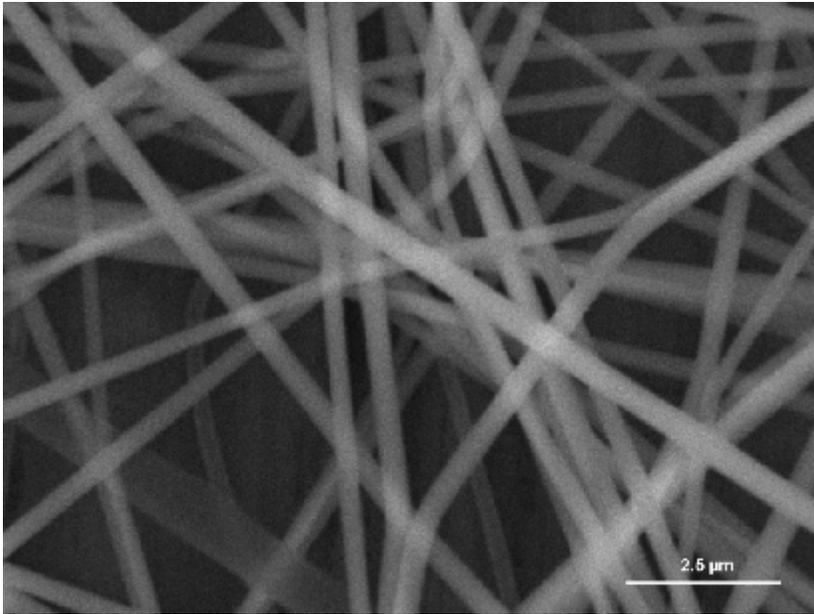


FIG. 8: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

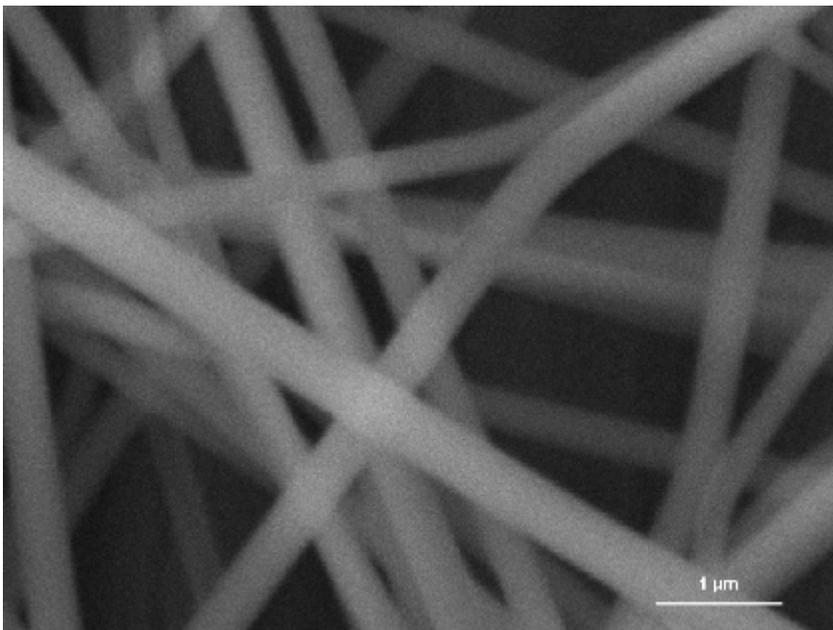


FIG. 9: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

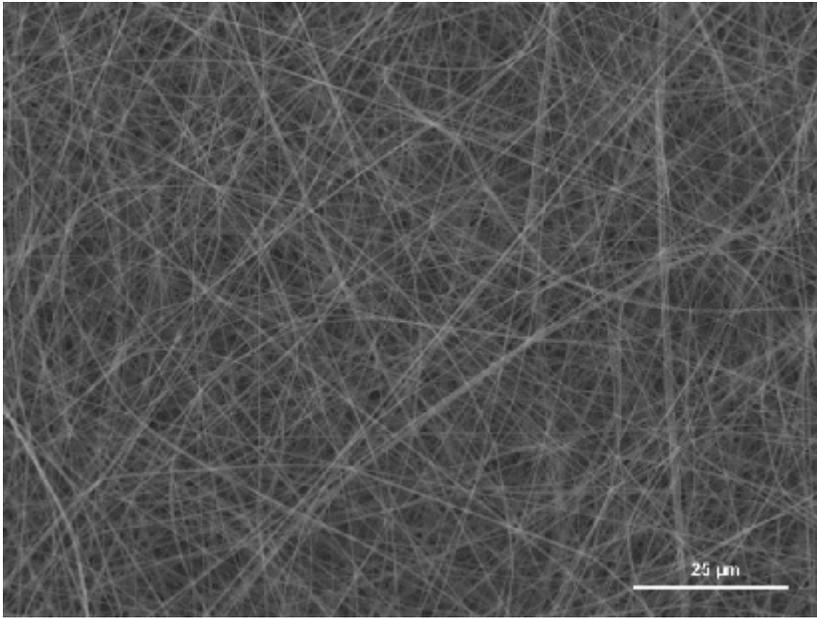


FIG. 10: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

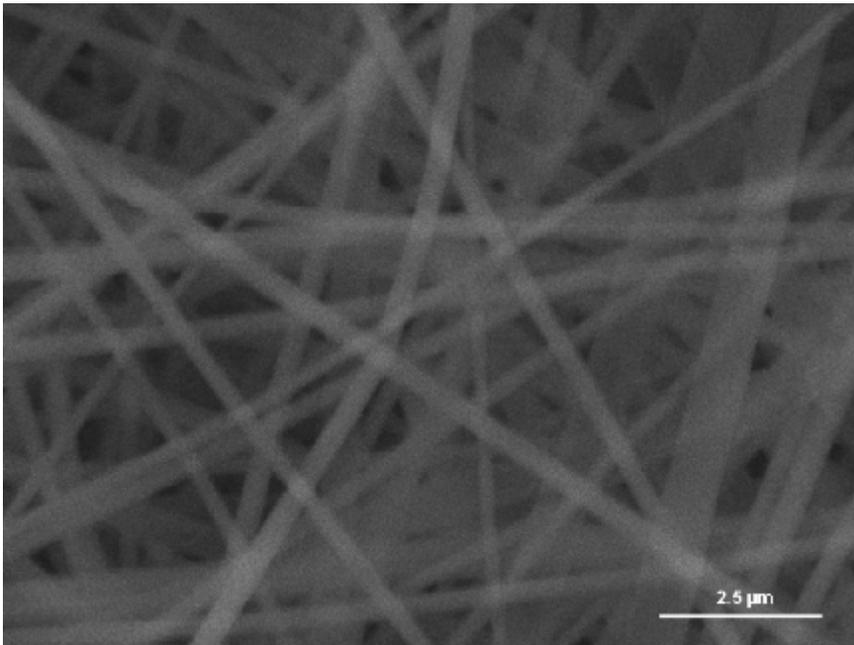


FIG. 11: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

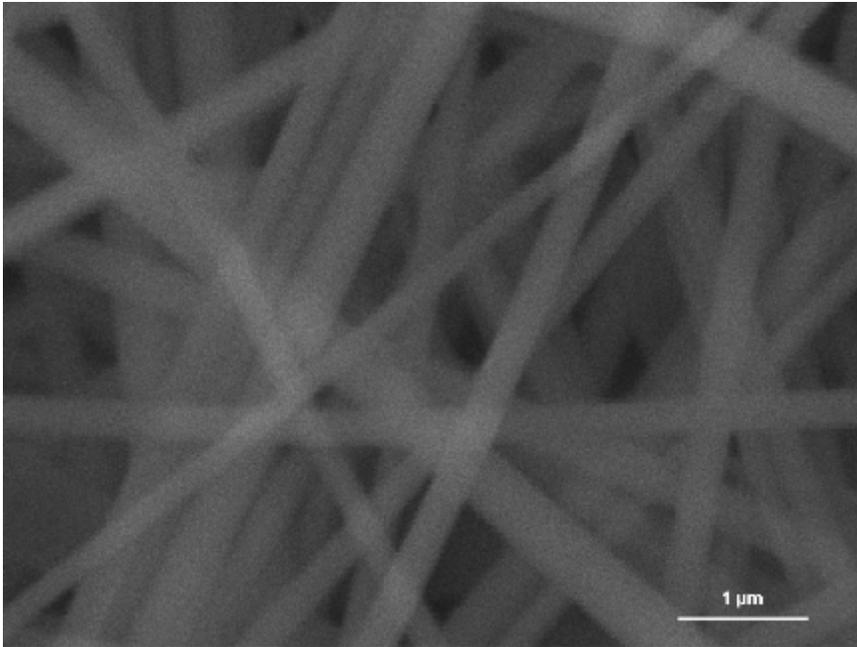


FIG. 12: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

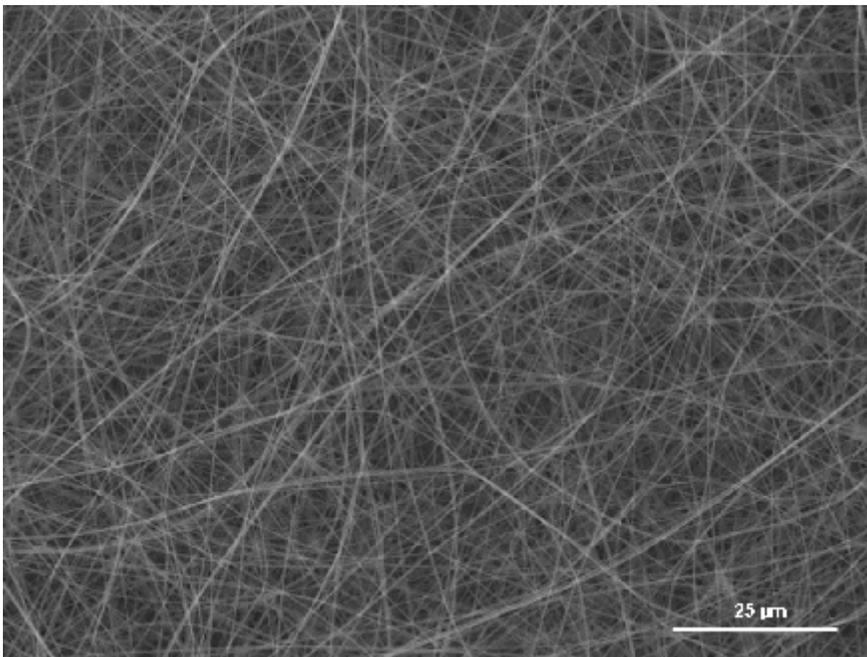


FIG. 13: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

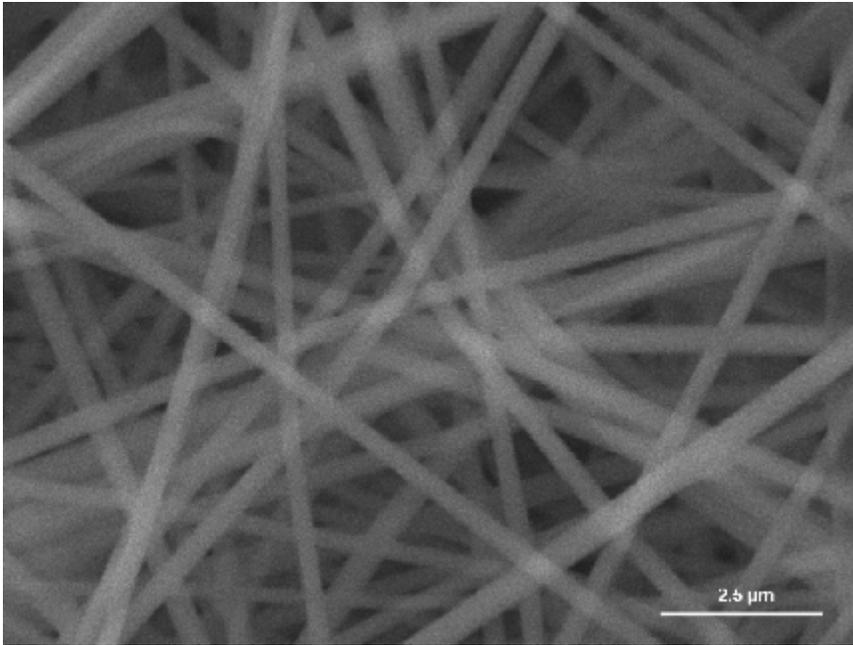


FIG. 14: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

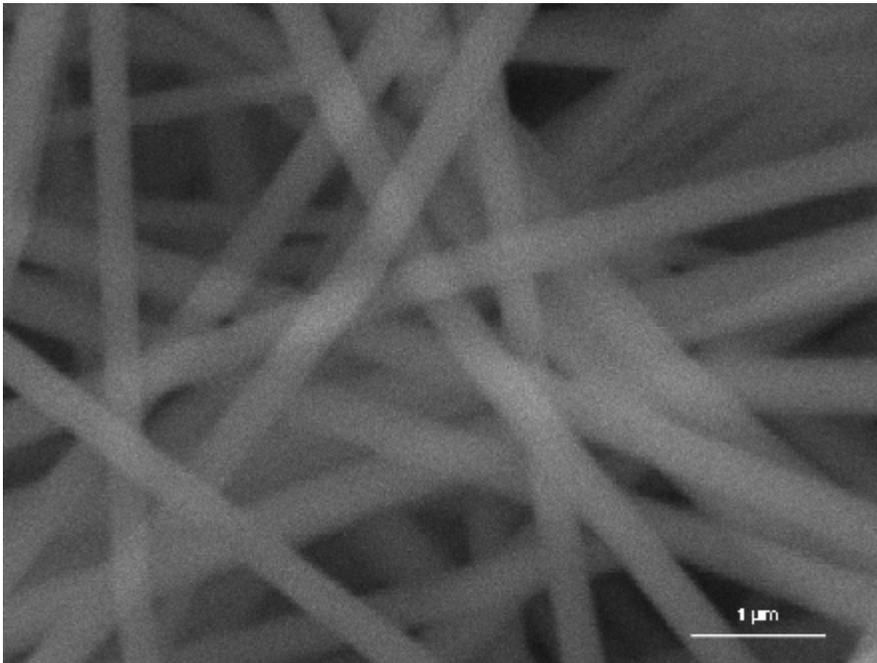


FIG. 15: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

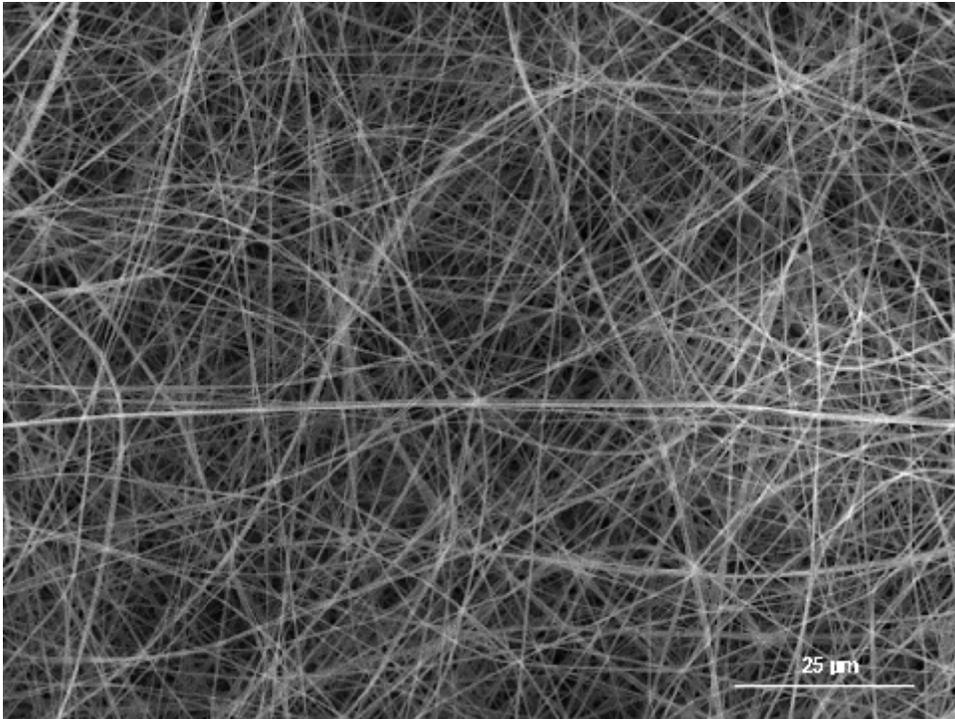


FIG. 16: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

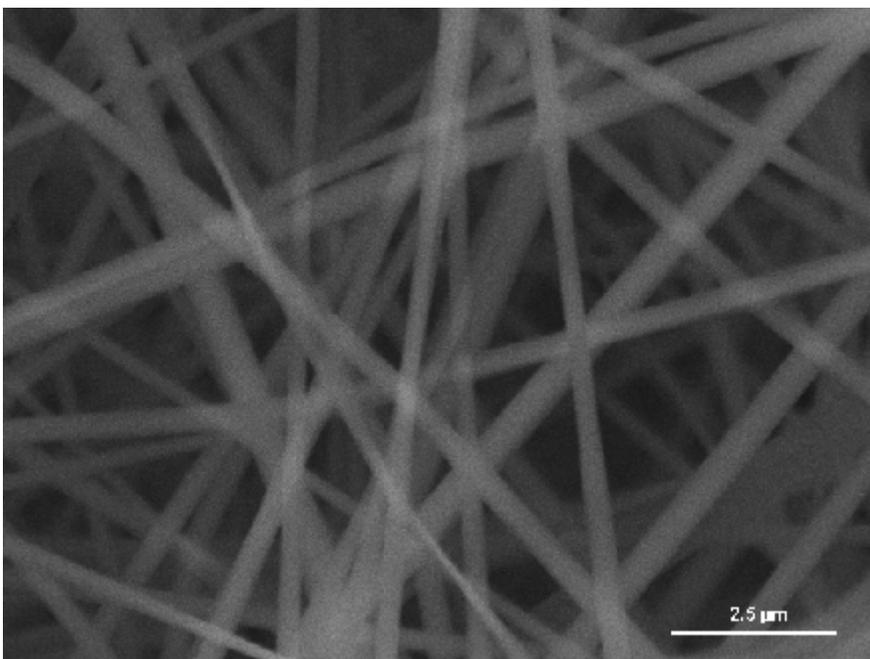


FIG. 17: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

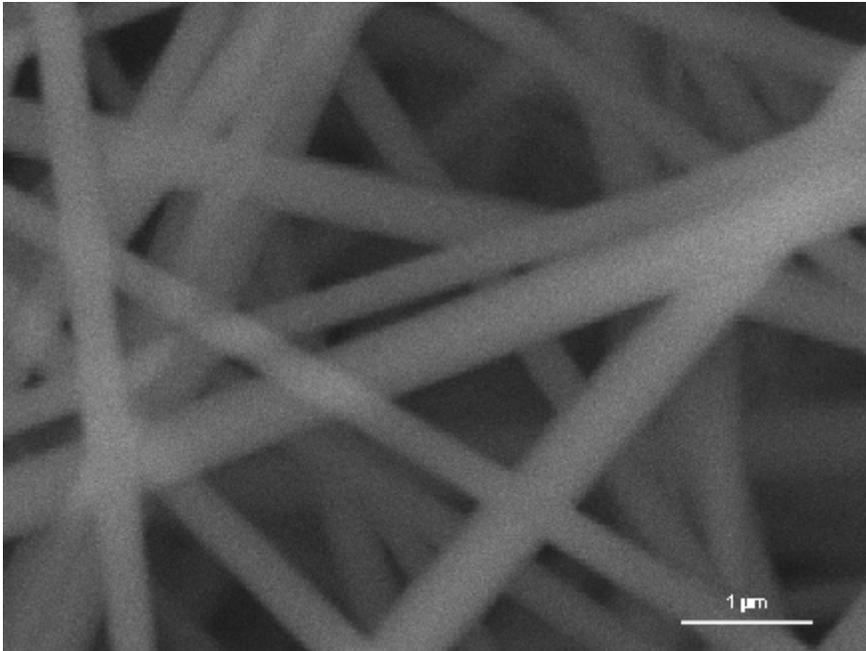


FIG. 18: Micrografía del compuesto PVP- Nitrato de Cromo III obtenida en SEM.

8.2 Análisis Termogravimétrico TGA

En el TGA se monitorea la pérdida de masa de la muestra como función de la temperatura. A nosotros nos interesa este análisis porque ahí nos damos cuenta de lo que se está evaporando (solventes, agua, polímero) y podemos determinar cuándo sólo hay el óxido metálico que estamos buscando. En DSC podemos monitorear las entradas y salidas de calor de la muestra. Si hay un pico hacia abajo, tendríamos una reacción endotérmica formación del óxido de Cromo III y si es hacia arriba (como en este caso), la reacción es exotérmica, lo cual podemos interpretar diciendo que a esa temperatura comenzó a ocurrir la reacción química que dio lugar a la síntesis de degradación del polímero dejando solo las nanofibras

El siguiente paso en nuestro análisis, fue determinar la temperatura de calcinación, el cual es un proceso crítico, ya que de esto depende que se lleve a cabo la síntesis del óxido y, dependiendo de las condiciones, también se define la

estequiometría del compuesto. Para este fin, se llevó a cabo un análisis termogravimétrico (TGA) de las fibras de compuesto, para determinar las temperaturas a las cuales se evapora el solvente, así como el polímero y conocer la temperatura de calcinación. El resultado se muestra en la Fig. 19. Como una gráfica de pérdida de peso como función de la temperatura. En esta se observa que alrededor de 50°C comienza a evaporarse el etanol, terminando este proceso alrededor de 100°C con la evaporación de agua. *Alrededor de 250°C comienza a evaporarse el polímero (PVP), terminando el proceso alrededor de 350°C. Sin embargo, se aprecian variaciones de peso arriba de 500°C, debido probablemente a impurezas en la muestra. En base a estos resultados, decidimos llevar a cabo la calcinación a una temperatura de 700°C, después del máximo que aparece cerca de 670°C.*

Parámetros del Análisis Termo gravimétrico

RAMPA 1:1.6C/MIN HASTA 200 2 HRS

RAMPA 2:1.9 C/MIN HASTA 700 1 HRS

RAMPA DE ENFRIAMIENTO: 10 C/MIN

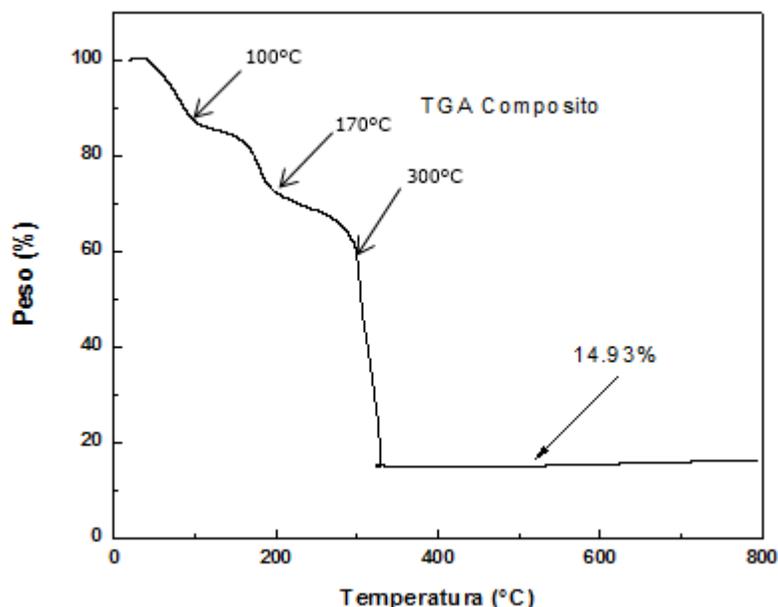


Fig. 19: Análisis Termogravimétrico del compuesto PVP-Nitrato de cromo

La gráfica de TGA muestra que la pérdida de masa ocurre en tres etapas. Primero se tiene la evaporación de humedad absorbida durante el proceso de síntesis, así como las moléculas de etanol que permanecieron en las nanofibras, todo esto a una temperatura menor de 100°C. Se observan, además, dos pérdidas adicionales de masa, una alrededor de 170°C, proveniente de la descomposición del nitrato y una más alrededor de 300°C, proveniente del rompimiento de la estructura polimérica.

Después de la descomposición del polímero, se observa una meseta, donde queda sólo un 14.92% de masa, correspondiendo al óxido de cromo.

8.3 Difracción de Rayos-X (DRX)

El siguiente paso natural en el análisis de las muestras, consiste en investigar el compuesto que se sintetizó durante el proceso de calcinación. Para este fin, analizamos una muestra, producto de la calcinación, en un difractómetro de

Rayos-X. El resultado de muestra en la Fig. 20. En esta, se muestra el difractograma de la muestra, junto con los picos de difracción de una muestra de Cr_2O_3 , tomada de la base de datos del programa MATCH. En la figura se observa una muy buena coincidencia entre los picos de nuestra muestra y los de la base de datos, excepto tal vez por un pico que aparece en nuestra muestra alrededor de $2\theta = 23^\circ$, lo cual puede indicar la presencia de un contaminante o tal vez una segunda fase. Por otro lado, el ancho de los picos nos indica un tamaño de partícula muy pequeño, posiblemente nanométrico, lo cual se analizará con un microscopio electrónico de transmisión.

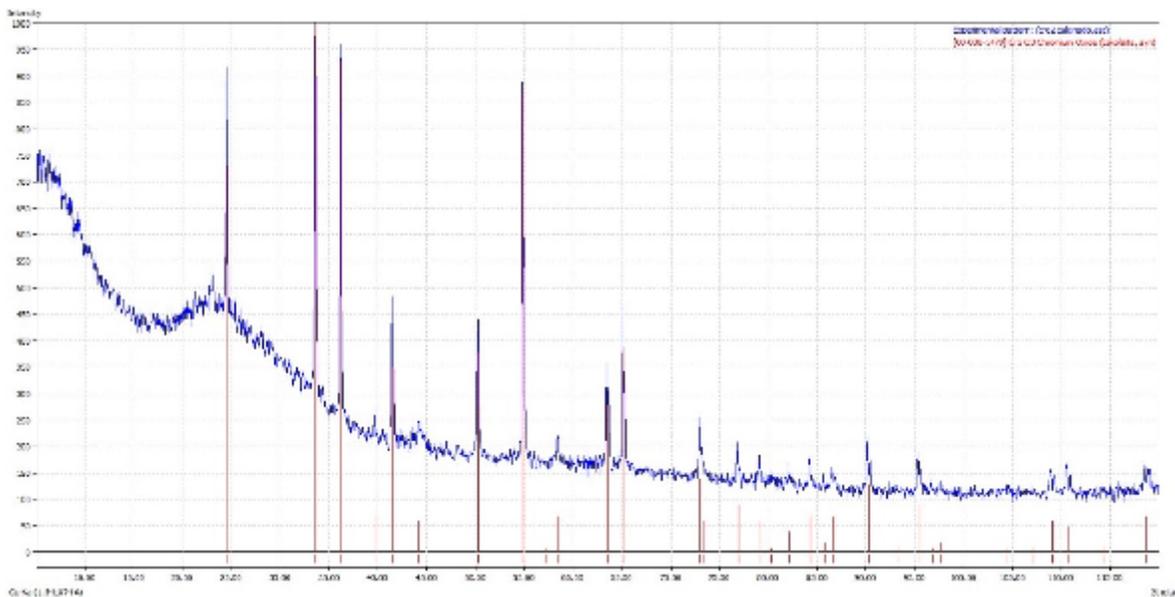


Fig. 20 Espectro de Difracción de Rayos X DRX- Base de datos MATCH de las nanofibras de Óxido de Cromo III Cr_2O_3

Name and formula

Reference code:	01-070-3765
PDF index name:	Chromium Oxide
Empirical formula:	Cr_2O_3
Chemical formula:	Cr_2O_3

Crystallographic parameters

Crystal system: Rhombohedral
Space group: R-3c
Space group number: 167

a (Å): 4,9600
b (Å): 4,9600
c (Å): 13,5982
Alpha (°): 90,0000
Beta (°): 90,0000
Gamma (°): 120,0000

Volume of cell (10⁶ pm³): 289,72

Z: 6,00

RIR: 2,27

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Common Phase
Forensic
Pigment/Dye
ICSD Pattern
Quality: Star (S)

Comments

ANX: A2X3.
Structure: Magnetic structure also determined.
Wyckoff Sequence: e c(R3-CH).
Analysis: Cr₂O₃. Formula from original source: Cr₂O₃.
Unit cell data source: Powder Diffraction.
Temperature: 298 K.
ICSD collection code: 90157.

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*
Structure: Baster, M., Bouree, F., Kowalska, A., Latacz, Z., *J. Alloys Compds.*, **296**, 1, (2000)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	0	1	2	3,63150	24,493	75,7
2	1	0	4	2,66570	33,592	100,0
3	1	1	0	2,48000	36,191	91,2
4	0	0	6	2,26640	39,739	6,3
5	1	1	3	2,17570	41,470	27,1
6	2	0	2	2,04800	44,187	5,1
7	0	2	4	1,81570	50,206	33,0
8	1	1	6	1,67300	54,830	73,9

9	2	1	1	1,61210	57,087	0,7
10	1	2	2	1,57920	58,389	5,3
11	2	1	4	1,46500	63,445	23,2
12	3	0	0	1,43180	65,094	29,6
13	1	2	5	1,39400	67,089	0,3
14	2	0	8	1,33290	70,608	0,2
15	1	0	10	1,29640	72,909	10,6
16	1	1	9	1,29030	73,310	2,3
17	2	1	7	1,24580	76,387	0,2
18	2	2	0	1,24000	76,809	5,7
19	0	3	6	1,21050	79,040	4,1
20	2	2	3	1,19610	80,183	1,1
21	1	3	1	1,18680	80,941	0,1
22	1	2	8	1,17350	82,054	2,4
23	0	2	10	1,14890	84,206	4,8
24	0	0	12	1,13320	85,649	1,3
25	1	3	4	1,12430	86,493	4,9
26	2	2	6	1,08780	90,165	9,1
27	0	4	2	1,06070	93,141	1,0
28	2	1	10	1,04250	95,275	6,7
29	1	1	12	1,03070	96,724	0,7
30	4	0	4	1,02400	97,571	1,3
31	1	3	7	1,01560	98,659	0,1
32	1	2	11	0,98290	103,201	0,1
33	3	1	8	0,97560	104,290	0,6
34	2	2	9	0,95850	106,960	0,4
35	3	2	4	0,94650	108,946	4,0
36	4	1	0	0,93740	110,519	3,8
37	2	3	5	0,92650	112,487	0,1
38	1	4	3	0,91790	114,111	0,6
39	0	4	8	0,90790	116,085	0,3
40	1	3	10	0,89610	118,547	5,1
41	3	0	12	0,88860	120,194	2,7
42	2	0	14	0,88500	121,009	1,2
43	2	1	13	0,87880	122,455	0,1
44	1	4	6	0,86620	125,567	8,1
45	3	1	11	0,85780	127,791	0,1
46	2	3	8	0,85230	129,322	0,2
47	1	1	15	0,85140	129,578	0,3
48	4	0	10	0,84280	132,122	2,5
49	2	2	12	0,83650	134,104	0,5
50	1	2	14	0,83350	135,089	3,2
51	0	5	4	0,83290	135,289	1,9
52	3	3	0	0,82670	137,427	3,0
53	3	3	3	0,81330	142,571	0,1
54	2	4	1	0,81030	143,844	0,1
55	4	2	2	0,80610	145,720	0,4
56	3	2	10	0,79800	149,719	2,9

Stick Pattern

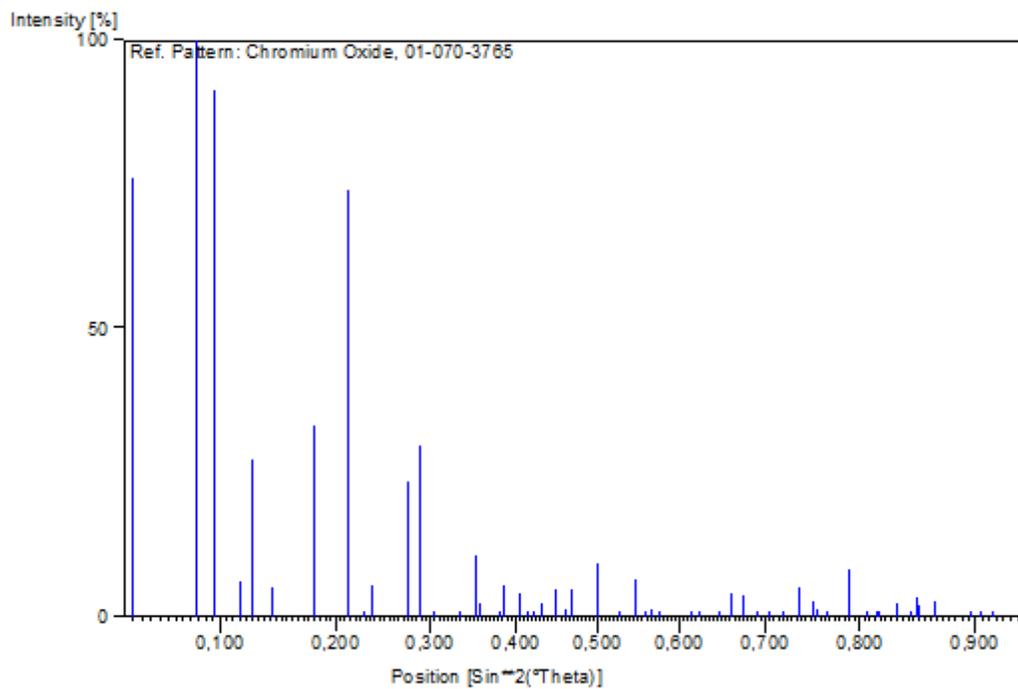


Fig. 21 Espectro de Difracción de Rayos X DRX de las nanofibras de Óxido de Cromo III Cr₂O₃ Base de datos MATCH .

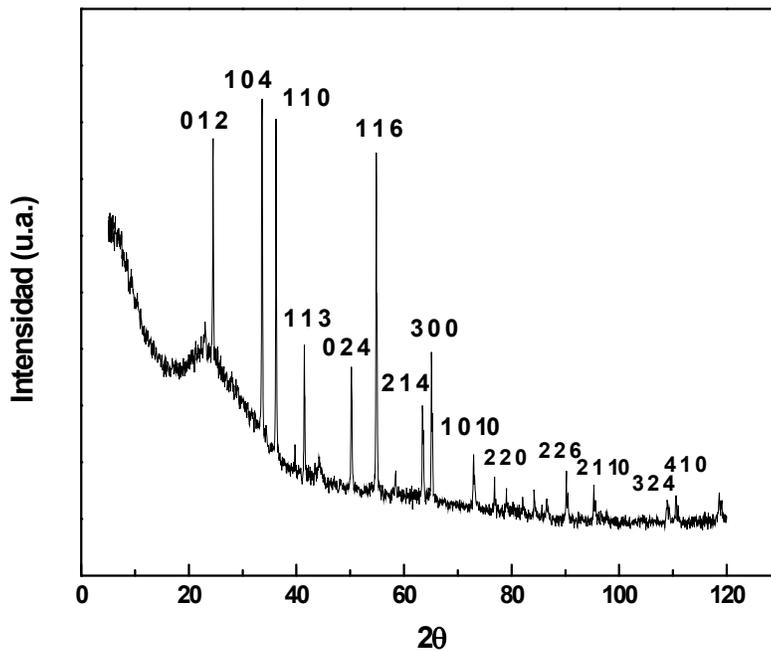


Fig. 22 Espectro de Difracción de Rayos X DRX de las nanofibras de Óxido de Cromo III Cr_2O_3 INDEXADO

8.4 Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)

Después de la calcinación, que es donde se forma el óxido, obtenemos las nanofibras del óxido metálico y las analizamos en TEM, porque estas fibras están formadas por partículas muy pequeñas y necesitamos más resolución que en SEM

El análisis de las fibras de óxido de cromo, después de calcinar, se realizó en el microscopio electrónico de transmisión de alta resolución TEM JEM2200FS. Los resultados se muestran en las figuras 21-31.

En las micrografías se observan fibras muy bien definidas, formadas por nanopartículas de óxido de cromo. Aunque la mayoría de las fibras muestran ramificaciones, debido probablemente al proceso de dispersión en ultrasonido, previo al análisis por TEM, es posible observar algunas sencillas. Las partículas que conforman las fibras son de forma irregular y con una gran variedad de tamaños. Para tener una idea cuantitativa de los tamaños, se hizo una estadística de la fibra de la Fig. 21 (1) y se determinó una longitud de 2 μm y el tamaño de las partículas varía entre 21 nm y 229 nm, con un valor promedio de 122 nm.

La estadística completa se muestra en la Tabla 1.2 después de la figura 31

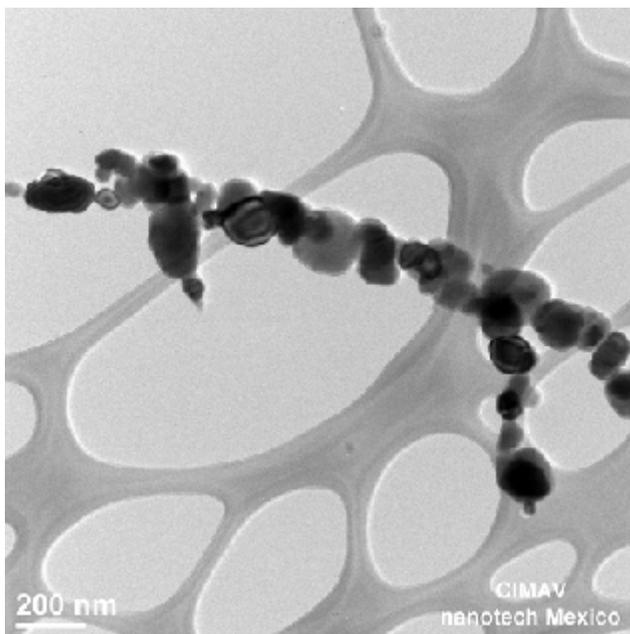


FIG. 21: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en el TEM.

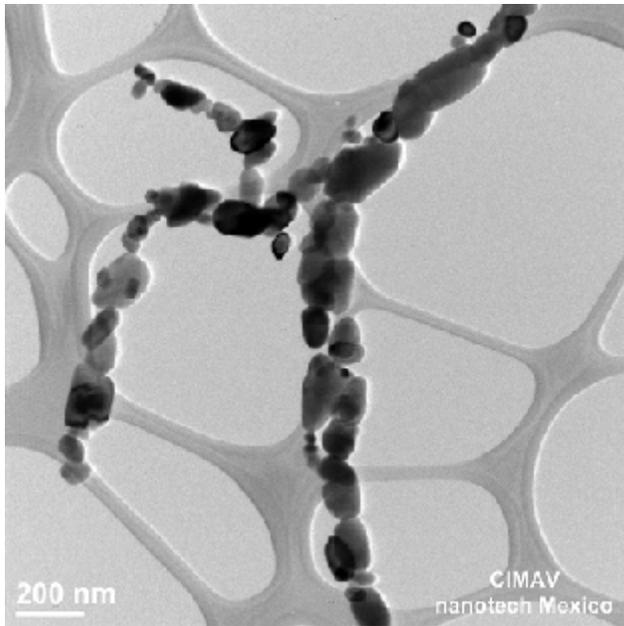


FIG. 22: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en el TEM.

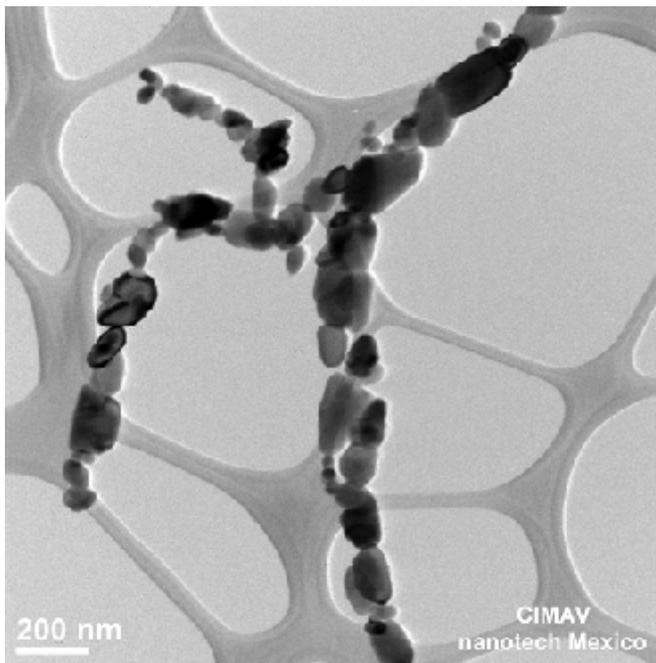


FIG. 23: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en el TEM.

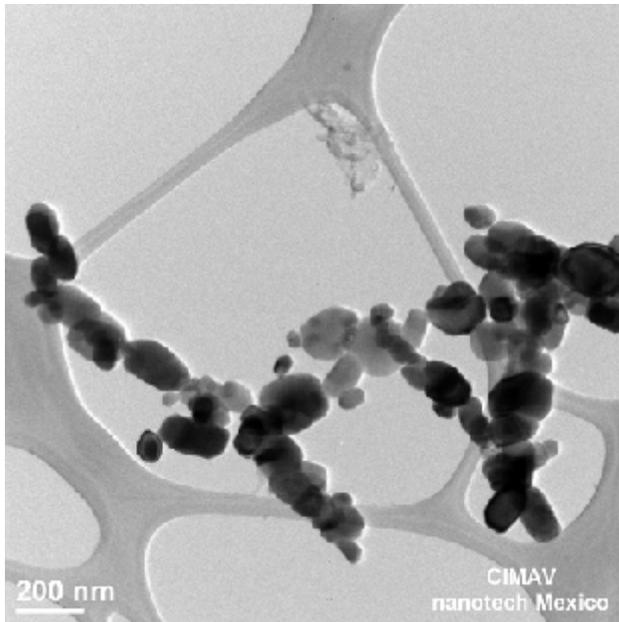


FIG. 24: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en TEM

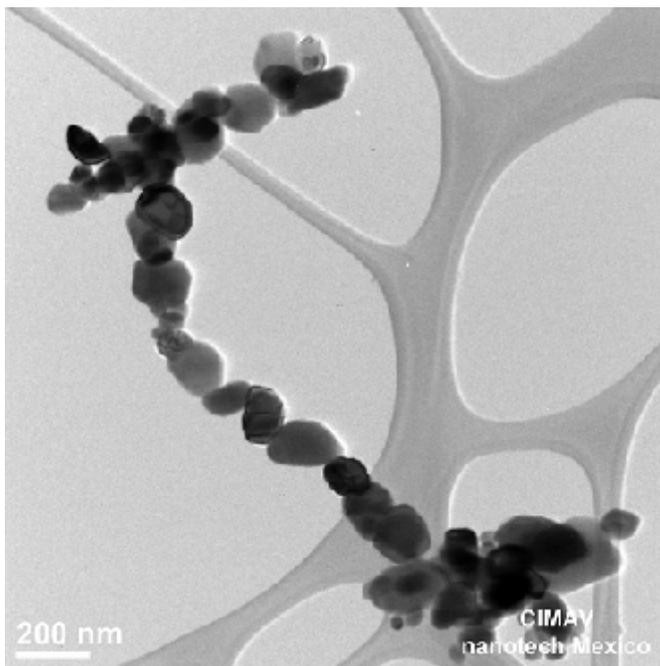


FIG. 25: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en el TEM.

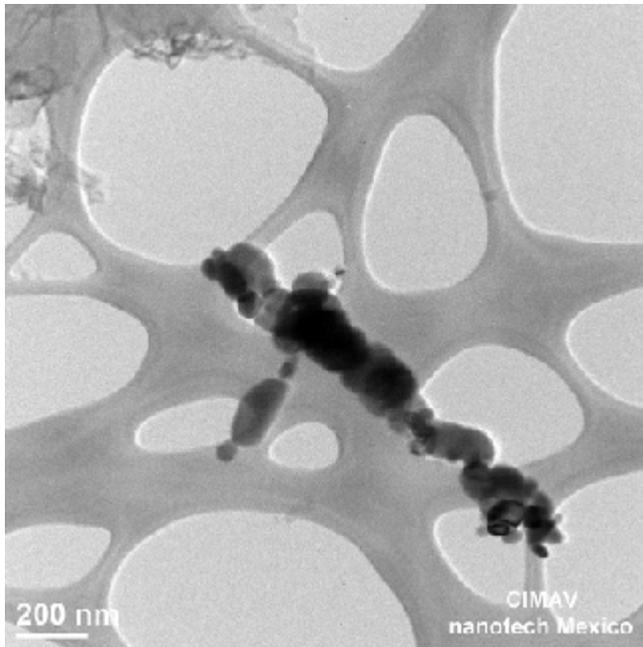


FIG. 26: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en TEM.

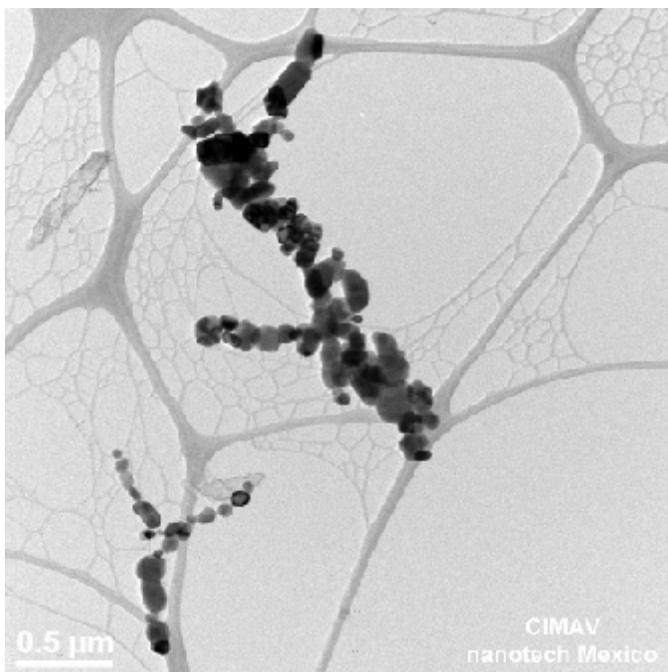


FIG. 27: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en el TEM.

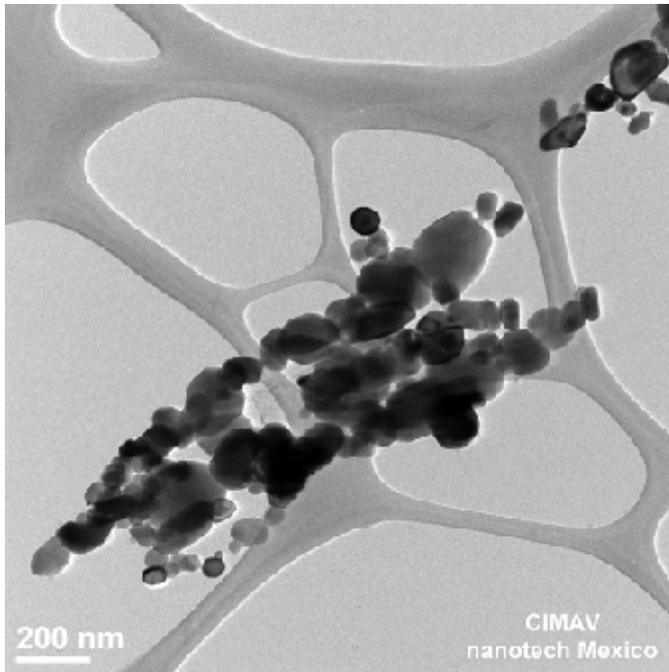


FIG. 28: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en el TEM.

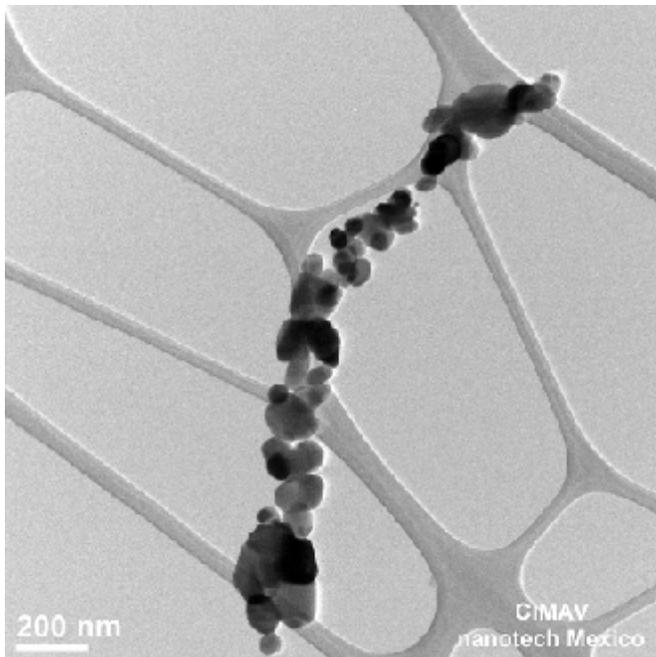


FIG. 29: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en el TEM.

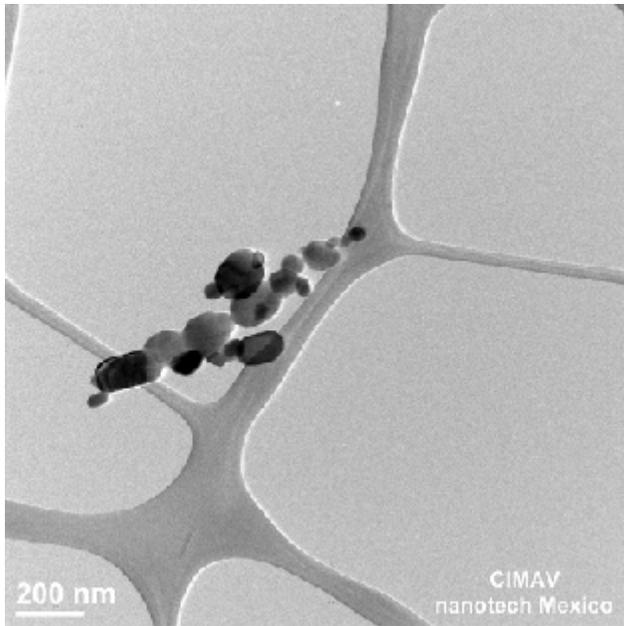


FIG. 30: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en el TEM.

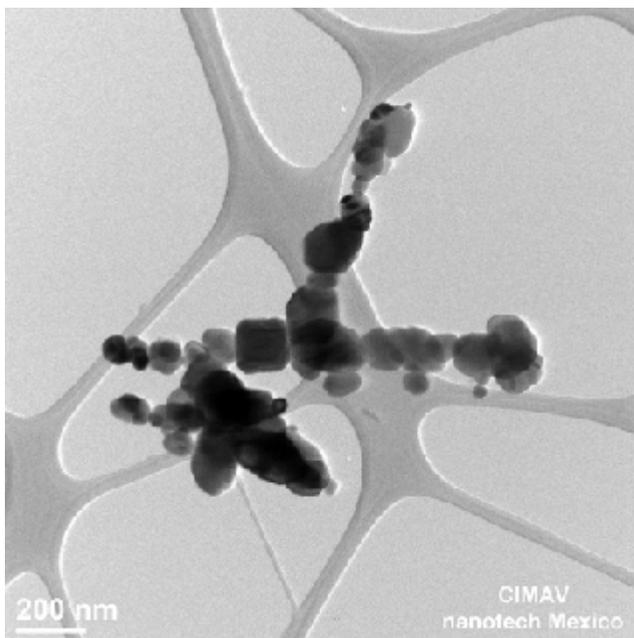


FIG. 31: Micrografía de las Nanofibras de Óxido de Cromo III obtenidas en el TEM.

0.00001	0.00002	0.00003	0.00004
33	190	217	93
177	109	41	73
229	37	97	241
21	110	186	100
137	33	61	41
181	142	134	137
82	45	117	221
150	153	25	88
72	21	53	108
141	158	109	66
122.3 Media	99.8 Media	104 Media	116.8 Media
67.9428682 Desviación	61.4108206 Desviación	62.624099 Desviación	65.5672683 Desviación
4154.61 CV	3394.16 CV	3529.6 CV	3869.16 CV
2098 Longitud	2093 Longitud	2098 Longitud	2024 Longitud
1946 Longitud 1	1335 Longitud 1	1553 Longitud 1	1991 Longitud 1
731 Longitud 2	601 Longitud 2	593 Longitud 2	1599 Longitud 2
0.00005	0.00006	0.00007	0.00008
226	198	124	215
116	179	76	172
58	34	77	50
165	194	155	88
37	67	45	21
181	164	119	141
250	22	61	130
139	115	76	96
70	62	67	61
52	27	21	146
129.4 Media	106.2 Media	82.1 Media	112 Media
75.4485844 Desviación	72.2031086 Desviación	39.8816304 Desviación	59.7104123 Desviación
5123.24 CV	4691.96 CV	1431.49 CV	3208.8 CV
1617 Longitud	1444 Longitud	1313 Longitud	1855 Longitud
1026 Longitud 1	724 Longitud 1	597 Longitud 1	1529 Longitud 1
846 Longitud 2	Longitud 2	587 Longitud 2	588 Longitud 2
0.00009	0.00001	0.000011	0.000011
201	220	226	226
163	116	116	116
65	58	58	58

68	165	165	165
109	37	37	37
9	181	181	181
131	250	250	250
56	139	139	139
258	70	70	70
47	52	52	52
110.7 Media	128.8 Media	129.4 Media	129.4 Media
77.6788975 Desviación	74.6142673 Desviación	75.4485844 Desviación	75.4485844 Desviación
5430.61 CV	5010.56 CV	5123.24 CV	5123.24 CV
1435 Longitud	1617 Longitud	1617 Longitud	1617 Longitud
555 Longitud 1	1026 Longitud 1	1026 Longitud 1	1026 Longitud 1
Longitud 2	846 Longitud 2	846 Longitud 2	846 Longitud 2

Tabla 1.2 de Estadísticas de las microfotografías obtenidas en el TEM JEM2200FS, con el dimensionamiento hecho con el software Gatan Digitalmicrograph y Análisis Estadístico hecho en Excel.

9. CONCLUSIONES

En este trabajo; se muestra la versatilidad del método de Electrospinning para obtener nanofibras de óxidos metálicos, en el caso particular de este proyecto de Tesis de Nanofibras de Oxido de Cromo III, con lo cual se concluye que el Método de Síntesis de Electrospinning es muy adecuado para Sintetizar este tipo de Nanoestructuras.

Los resultados obtenidos demostraron que el fase cristalina y la morfología de las nanofibras del Oxido de Cromo dependen de la temperaturas de calcinación.

También se podría esperar fabricar nanofibras de materiales compuestos con menor de diámetro.

10. RECOMENDACIONES

Entre otras recomendaciones sugeridas es hacer una caracterización más a fondo de las Nanofibras de óxido de cromo en cuanto a sus propiedades físicas: térmicas, eléctricas, magnéticas, ópticas, catalíticas. Para utilizar las Nanofibras en matrices poliméricas para sugerir posibles aplicaciones como nuevos materiales con propiedades mejoradas sobre los ya existentes, hechos con matrices poliméricas y también en otro tipo de matrices como las cerámicas.

11. AGRADECIMIENTOS

Mi más sincero agradecimiento al Profesor Dr. Francisco Espinosa Magaña quien fue mi asesor y director de mi proyecto de Tesis, y siempre me dio un gran apoyo en la fase teórica de capacitación para mi tesis y en la fase experimental en mi estancia en CIMAV Chihuahua, siempre estando al pendiente del proceso de mi proyecto de tesis.

También mi agradecimiento a la Dra. Diana María Carrillo Flores, por su apoyo en la síntesis y caracterización de las nanofibras en el laboratorio de Electrospinning.

Otro Agradecimiento es para la Dra. Martha Teresita Ochoa por su apoyo en la caracterización del TEM, al M.C., Wilber Antúnez por su apoyo en la Caracterización en el SEM, al M.C.. Carlos Ornelas en la caracterización en el

TEM de alta definición y al M.C. Enrique Torres, encargado de Difractómetro de Rayos-X para lo obtención de los espectros de difracción de las nanofibras

12. REFERENCIAS

Referencias

1.- Tesis de Maestría “Caracterización de nanotubos de haloisita Recubiertos con poli (3,4-etilendioxitiofeno)” Autor MCM Ismael Alberto Gabaldón Saucedo.

2.- Tesis Doctoral “Síntesis y caracterización estructural y electrónica de nanofibras de ferrita de cobalto; Autora Dra. Diana María Carrillo Flores

3.-^{a b} Gardiner, D.J. (1989). *Practical Raman spectroscopy*. Springer-Verlag. ISBN 978-0387502540.

4. - Placzek G.: "Rayleigh Streeung und Raman Effekt", In: Hdb. der Radiologie, Vol. VI., 2, 1934, p. 209

- 5.-Egerton, RF (2009). "Espectroscopía de pérdida de energía de electrones en el TEM". Los informes sobre los avances de la Física 72: 016502. doi: 10.1088/0034-4885/72/1/016502.
- 6.- Hillier, J y Baker, R. F. (Septiembre de 1944). "Microanálisis por medio de electrones". J. Appl. Phys. 15 (9): 663-675. BIBCODE: 1944JAP.... 15... 663H. doi: 10.1063/1.1707491.
- 7.- Rose, H H (2008). "Óptica de los microscopios electrónicos de alto rendimiento - una revisión". Ciencia y Tecnología de Materiales Avanzados (descarga gratuita) 9 014107. doi: 10.1088/0031-8949/9/1/014107.
- 8.- Abc RF Egerton 1996 "Espectroscopía de Electrones de Energía Perdida en el microscopio electrónico", 2^a ed., Plenum, Nueva York, ISBN 0-306-45223-5.
- 9.- Ahn CC (ed.) (2004) La transmisión electrónica de espectrometría de pérdida de energía en la ciencia de los materiales y las anguilas Atlas, Wiley, Weinheim, Alemania, doi: 10.1002/3527605495, ISBN 3527405658
- 10- Iakoubovskii, K.; Mitsuishi, K.; Nakayama, Y.; Furuya, K. (2008). "Las mediciones de espesores con espectroscopía pérdida de energía de electrones". Microscopía de Investigación y Técnica 71 (8): 626-31. doi: 10.1002/jemt.20597. PMID 18454473.
- 11.- Iakoubovskii, Konstantin; Mitsuishi, Kazutaka; Nakayama, Yoshiko, Furuya, Kazuo (2008). "Recorrido libre medio de dispersión inelástica de electrones en los sólidos y los óxidos utilizando microscopía electrónica de transmisión elementales: Número atómico comportamiento oscilatorio dependiente". Physical Review B 77 (10). doi: 10.1103/PhysRevB.77.104102.
- 12.- Taverna, D.; Kociak, M.; Stéphan, O.; Fabre, A.; Finot, E.; Décamps, B.; Colliex, C. (2008). "Sondeo Propiedades físicas de los fluidos confinados dentro nanoburbujas individuales". Physical Review Letters 100 (3). doi: 10.1103/PhysRevLett.100.035301.

13. Lakoubovskii, Konstantin; Mitsuishi, Kazutaka; Furuya, Kazuo (2008). "Estructura y presión dentro de Xe nanopartículas incrustadas en Al". *Physical Review B* 78 (6). doi: 10.1103/PhysRevB.78.064105.

14.- Zhao, Hong-Ping, Xi-Qiao Feng, and Huajian Gao. "Ultrasonic technique for extracting nanofibers from nature materials." *Applied physics letters* 90, no. 7 (2007): 073112.

15.- Park, Sang Hu, Tae Woo Lim, Dong-Yol Yang, Nam Chul Cho, and Kwang-Sup Lee. "Fabrication of a bunch of sub-30-nm nanofibers inside microchannels using photopolymerization via a long exposure technique." *Applied physics letters* 89, no. 17 (2006): 173133